

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2005 年10 月13 日 (13.10.2005)

PCT

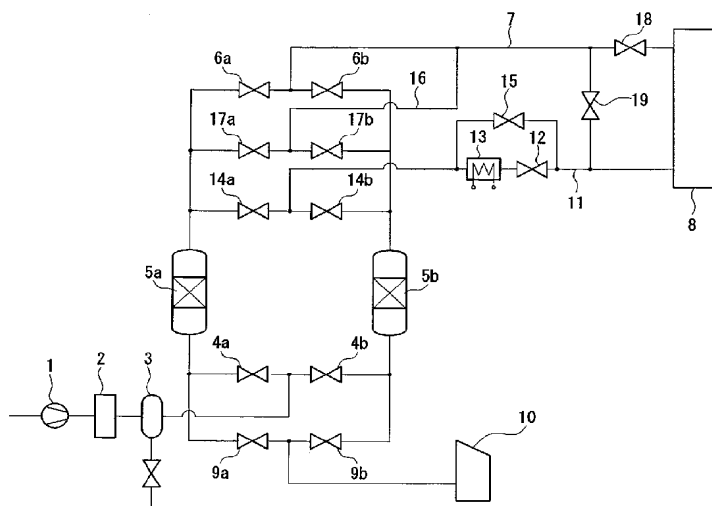
(10) 国際公開番号
WO 2005/094970 A1

- (51) 国際特許分類: B01D 53/04, F25J 3/04 (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 大陽日酸株式会社 (TAIYO NIPPON SANSO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1428558 東京都品川区小山一丁目3番26号 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/005922
- (22) 国際出願日: 2005 年3 月29 日 (29.03.2005) (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中村 守光 (NAKA-MURA, Morimitsu) [JP/JP]; 〒1428558 東京都品川区小山一丁目3番26号 大陽日酸株式会社内 Tokyo (JP). 川井 雅人 (KAWAI, Masato) [JP/JP]; 〒1428558 東京都品川区小山一丁目3番26号 大陽日酸株式会社内 Tokyo (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-101690 2004 年3 月31 日 (31.03.2004) JP
特願2004-101692 2004 年3 月31 日 (31.03.2004) JP
特願2004-102084 2004 年3 月31 日 (31.03.2004) JP
- (74) 代理人: 志賀 正武, 外 (SHIGA, Masatake et al.); 〒1048453 東京都中央区八重洲2丁目3番1号 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: METHOD OF RE-STARTING DEVICE FOR CLEANING RAW AIR

(54) 発明の名称: 原料空気精製装置の再起動方法



(57) Abstract: A method of re-starting a temperature swing adsorbing (TSA) device, wherein when the TSR device is stopped when the temperature of purge gas flowing out of a first adsorption tower (5a) in a regenerative step reaches peak in the regenerative step or thereafter, the gate and the atmosphere releasing valve of the first adsorption tower (5a) in the regenerative step are closed, the gate of a second adsorption tower (5b) in an adsorption step is closed and the atmosphere releasing valve is opened to discharge gas in a counter current direction against a raw air flow in the adsorbing step. Then the atmosphere releasing valve is closed to pressurize the second adsorption tower (5b) with the raw air to a pressure required for the adsorption step immediately before the re-start. After the re-starting, the regenerative step of the first adsorption tower (5a) and the adsorption step of the second adsorption tower (5b) are continuously performed after the TSA device is stopped.

(57) 要約: 温度スイング吸着 (TSA) 装置の再起動方法は、再生工程中の第1吸着塔5aから流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合、停止時に、再生工程中の第1吸着塔5aは、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔5bは、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程に

[続葉有]



WO 2005/094970 A1



(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

おける原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、再起動直前に、第2吸着塔5bを吸着工程に必要な圧力まで原料空気に加圧し、再起動後に、第1吸着塔5aの再生工程および第2吸着塔5bの吸着工程を、前記TSA装置が停止した時点から、それ以降の工程を継続して行なう。

明 細 書

原料空気精製装置の再起動方法

技術分野

[0001] 本発明は、空気液化分離装置における原料空気中の水分、二酸化炭素などの不純物を除去する原料空気精製装置の迅速な再起動方法に関する。

本願は、日本国特許庁に2004年3月31日に出願された特願2004-101690号、特願2004-101692号、特願2004-102084号に基づく優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 空気液化分離装置とは、原料空気を液化し、これを蒸留して窒素と酸素などに分離する装置である。この蒸留を行う際、低温で凝固して配管などを閉塞させる物質である水分、二酸化炭素などの不純物を原料空気から除去する、前処理と称する工程が原料空気精製装置において行われる。この前処理として、並列して置かれた二つ以上の吸着塔を用いる温度スイング吸着法(TSA法)が一般に用いられている。この吸着塔には、原料空気が流入する上流側に活性アルミナ、シリカゲル、ゼオライトなどの水分を吸着する吸着剤が充填され、下流側にNa-X型ゼオライトなどの二酸化炭素を吸着する吸着剤が充填されている。温度スイング吸着法とは、この吸着塔を用いて、原料空気から水分、二酸化炭素などの不純物を低い温度において吸着して除去する吸着工程と、吸着剤から不純物を高い温度において脱着して除去し、吸着剤を再生する再生工程を交互に行う手法である。

[0003] 以下、図1により、温度スイング吸着法による原料空気精製装置(以下、TSA装置という。)の定常運転時における操作の一例を説明する。この例では、吸着塔5aが再生工程、吸着塔5bが吸着工程を行っているものとする。図1は、空気液化分離装置の原料空気の前処理部分の一例を示す構成図である。先ず、大気から取り込まれた原料空気が、原料空気圧縮機1により所定の圧力(400~1000kPa(以下、本明細書における圧力は全て絶対圧を示す。))に圧縮された後、冷却装置2により冷却(5~45℃)される。この際、発生する凝縮水はドレインセパレーター3により排出される。

次に、弁4bを経て、圧縮された原料空気が冷却温度における飽和水分を含んだまま吸着塔5bに流入し、この原料空気中の水分、二酸化炭素などの不純物が、吸着塔5b内の吸着剤により吸着される。続いて弁6b、18を経て、精製された原料空気がライン7を介して空気分離部8に流入する。

[0004] 吸着工程を行っている吸着塔5bにおいて、吸着剤層中の吸着成分の物質移動帯は、原料空気が流入する上流側から下流側に向かって進行する。従って、精製空気中の不純物濃度が空気分離部において問題となる限界値に達する前に、吸着工程を終了する。

[0005] 吸着工程の終了後、再生工程が開始される。再生工程は減圧、加熱、冷却および加圧の4つのステップからなる。減圧ステップにおいて、弁4b、6bが閉じられ、大気開放弁9bが開かれる。結果、吸着塔5b内に保持されていたガスがサイレンサー10を介して大気へ放出され、吸着塔5b内の圧力が大気圧まで減少する。

[0006] 次の加熱ステップにおいて、弁12、14bが開かれる。結果、空気分離部8からの排ガスの一部がパージガスとして、ライン11を介して加熱設備13に流入し、150～250℃に加熱された後、弁14bを通して吸着塔5bに流入する。この加熱パージガスの流入により吸着剤が加熱され、これにより、吸着剤に吸着されている水分、二酸化炭素などの不純物が吸着剤から脱着し、パージガス流とともに流出する。流出したパージガスは、弁9b及びサイレンサー10を介して大気に放出される。

[0007] 図2は、再生工程を行っている吸着塔5b内のパージガスの位置的温度変化の一例を模式的に示すグラフである。図2(a)に示すように、加熱パージガスの流入により、吸着塔5b内に温度が高い領域(ヒートゾーン)が生じる。このヒートゾーンはパージガス流に従って徐々に大気開放弁9b側に向かって移動する。加熱ステップが終了すると、冷却ステップに移行される。冷却ステップでは、弁12が閉じられ、弁15が開かれる。パージガスが加熱設備13を通らずに、低温状態で吸着塔5bに直接流入する。このパージガスにより吸着剤が冷却される。また、図2(b)、(c)、(d)に示されるように、ヒートゾーンは低温のパージガス流に押され、大気開放弁9b側に移動し、やがて吸着塔5b内から押し出される。不純物は吸着剤から完全に追い出され、吸着剤の温度が次の吸着工程に適した温度となる。なお、図2の例は、吸着塔5aが再生工程を

行った場合も同様である。

- [0008] 図3は、定常運転時において、再生工程を行っている吸着塔5b内のパージガスの時間的温度変化の一例を示すグラフである。吸着塔5bには、下層側に水分吸着剤、上層側に二酸化炭素吸着剤が積層されているものとする。図中、実線で表した二酸化炭素吸着剤の最上部での温度は、加熱ステップに入ると、吸着塔5b上部からの加熱されたパージガスの流入に伴って急激に上昇し、冷却ステップへ入ったところで急下降する。破線で表したパージガス流の下流に位置する二酸化炭素吸着剤と水分吸着剤の境界部分での温度は、加熱ステップに入ってからしばらくして、なだらかに上昇をはじめ、一定温度を保った後、冷却ステップに入ってからしばらくして、なだらかに下降していく。太い実線で表した、さらに下流(大気開放弁9b側)に位置する水分吸着剤最下部を出たところ(パージガスの流出部)での温度は、冷却ステップに入ってからしばらく経過した後、なだらかに上昇・下降していく。なお、図3の例は、吸着塔5aが再生工程を行った場合も同様である。
- [0009] このように冷却ステップ中に水分吸着剤の温度が計画値まで上がり、かつ、吸着工程の開始までに原料空気供給温度近くまで温度が下がるようにするため、パージガスの量と加熱設備のヒーター容量、加熱と冷却の時間配分などが決められている。
- [0010] ついで、加圧ステップにおいて、弁14b、15および大気開放弁9bが閉じられ、弁17bが開かれる。結果、吸着工程を行っている吸着塔5aからの精製空気の一部が、ライン7、ライン16を介して吸着塔5bに戻され、次の吸着工程に必要な圧力まで吸着塔5bを加圧する。
- [0011] 加圧ステップの終了時には、弁17bが閉じられ、弁4b、6bが再び開かれ、吸着塔5bにおいて、吸着工程が再び開始される。例えば、2塔式の場合なら、減圧ステップから加圧ステップの終了までの再生工程の時間と、吸着工程の時間は対応し、各工程に要する時間は2～4時間である。この場合、吸着塔5a、5bを交互に切り替えることで、精製された原料空気が連続して空気分離部8へ送られる。
- [0012] 通常、空気液化分離装置は、起動の際、空気分離部8内を常温から極低温に冷やすのに長時間かかるため、頻繁な停止は行わず連続運転を行っている。しかし、空気液化分離装置は、何らかの理由によって緊急停止したり、保安点検のために計画

停止することがあり、TSA装置も同時に緊急停止したり、計画停止することがある。

[0013] 定常運転をしていたTSA装置が停止した場合、吸着塔を封止して維持したとしても、停止時間が長時間に渡ると、吸着工程を行っていた吸着塔5b内で、水分、二酸化炭素などの不純物が拡散する。従って、再起動後に吸着工程をそのまま停止時点から行くと不純物が破過する場合があります、精製空気中の不純物濃度が定常運転時よりも増加し、限界値を超える可能性が生じる。

[0014] 一方、再生工程を行っていた吸着塔5a内では、TSA装置が長時間停止した場合、吸着剤の再生のために導入された熱が、伝熱により外部へ放出されることがある。従って、再起動後に再生工程を停止時点から行くと、加熱不足により吸着剤の再生が不十分となり、切り替え後の吸着工程において、精製空気中の不純物濃度が定常運転時よりも増加する可能性が生じる。

[0015] 上記の問題を解決するため、従来では、TSA装置の再起動後、空気分離部8への送ガスを行う前に、単独再生運転を行っていた。この単独再生運転とは、原料空気圧縮機1から吸着塔5bに流入する原料空気流量を、定常運転時よりも減らして低負荷の状態にし、TSA装置と空気分離部間の弁18を閉じた上で、吸着塔5bから流出した精製空気を吸着塔5aに流入させ、吸着工程および再生工程を各1回以上行う操作である。この単独再生により、停止期間中に起きた各吸着塔内の状態変化を解消して、その後に定常運転を開始することで、精製空気中の不純物濃度の増加が起きないようにしていた。

[0016] また、緊急停止ではなく計画停止を行った場合など、単独再生運転以外の方法が、特開2002-168561号公報に開示されている。この公報の段落0029において、「休止中の吸着塔内の吸着材が空気分離部S2で得られた窒素ガスによって再生され、これによって吸着精製装置12の精製効率の低下が防止されるようになっている」と記載されており、TSA装置の精製効率の低下を防止する方法が記載されている。

[0017] しかし、製品である窒素ガスを使用することは経済的ではない。また、吸着工程、再生工程に要する時間は各々2～4時間であるため、例えば2塔切り替え式では単独再生運転に要する時間は少なくとも4時間となり、この間は空気液化分離装置への送ガスが行えないから、空気液化分離装置の再起動が遅れるという問題があった。

特許文献1:特開2002-168561号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0018] 本発明は、上記従来技術の問題点に鑑み、TSA装置の迅速な再起動方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0019] かかる課題を解決するため、

本発明の第1の態様は、空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

再生工程中の第1吸着塔から流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、第1吸着塔の再生工程および第2吸着塔の吸着工程を、前記TSA装置が停止した時点から、それ以降の工程を継続して行なう、

TSA装置の再起動方法である。

第1吸着塔から流出したパージガスの温度とは、パージガス流出部における温度である。

第1吸着塔および第2吸着塔は、上記の停止時の操作を行った後、再起動までその状態を維持する。再起動直前には、再起動のための準備として、第2吸着塔の入口弁を開け、吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧する。

第2吸着塔が所定の圧力になったら、TSA装置の再起動を行ない、空気分離部へ送ガスを開始する。

停止時に再生工程中だった第1吸着塔は、再生工程中の停止した時点から運転を再開する。再生工程の残りの工程を終えたあと、吸着工程に切り替え、以後、通常運転を行う。

一方、停止時に吸着工程中だった第2吸着塔は、吸着工程中の停止した時点から運転を再開する。吸着工程の停止時点以降の工程を終えたあと、再生工程に切り替え、以後、通常運転を行う。

[0020] 本発明の第1の態様においては、TSA装置に供給される原料空気の温度が5～45℃、圧力が400～1000kPaであることが好ましい。

[0021] 本発明の第2の態様は、空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

再生工程中の第1吸着塔において、停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、以下の式を満たす場合、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

$$t_1 < t_2 - (R_1 / R_2) \times (t_2 - t_3)$$

t_1 は再生工程の経過時間(分)

t_2 は再生工程時間(分)

t_3 は加圧ステップ時間(分)

R_1 はパージガス流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

R_2 は原料空気流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、共に各工程の最初から行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、

TSA装置の再起動方法である。

なお、 Nm^3 とは、大気圧、0℃におけるガス体積を表す単位である。

第1吸着塔および第2吸着塔は、上記の停止時の操作を行った後、再起動までその状態を維持する。再起動直前には、再起動のための準備として、第2吸着塔の入口弁を開け、吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧する。

第2吸着塔が所定の圧力になったら、TSA装置の再起動を行う。

再起動後は、第1吸着塔で再生工程を、第2吸着塔で吸着工程を1回ずつ行ったあと、各吸着塔工程を切り替え、空気分離部へ送ガスを開始し、以後、通常運転を行う。

[0022] 本発明の第2の態様においては、TSA装置に供給される原料空気の温度が5〜45℃、圧力が400〜1000kPaであること、再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス流量に相当する原料空気流量を用いて吸着工程を行うことが好ましい。

[0023] 本発明の第3の態様は、空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、停止時点から再開した後、工程を切り替えて、第1吸着塔においては吸着工程を、第2吸着塔においては再生工程を1回行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、TSA装置の再起動方法である。

第1吸着塔および第2吸着塔は、上記の停止時の操作を行った後、再起動までその状態を維持する。再起動直前には、再起動のための準備として、第2吸着塔の入口弁を開け、吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧する。

第2吸着塔が所定の圧力になったら、TSA装置の再起動を行う。

再起動後に、停止時に再生工程中だった第1吸着塔は再生工程中の停止した時点から運転を再開する。再生工程の残りの工程を終えたあと、吸着工程を行う。一方、停止時に吸着工程中だった第2吸着塔は、吸着工程中の停止した時点から運転を再開する。吸着工程の残りの工程を終えたあと、再生工程を行う。

その後、各吸着塔の工程を切り替え、空気分離部へ送ガスを開始し、以後、通常運転を行う。

[0024] 本発明の第3の態様においては、原料空気精製装置に供給される原料空気の温度が5～45℃、圧力が400～1000kPaであること、再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス量に相当する原料空気量で吸着工程を行うことが好ましい。

[0025] 本発明の第4の態様は、空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

前記TSA装置が停止した時点を以下の3つの場合i)～iii)に判別し、

i) 再生工程中の第1吸着塔から流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合、

ii) 再生工程中の第1吸着塔において、停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、以下の式を満たす場合、

$$t_1 < t_2 - (R_1/R_2) \times (t_2 - t_3)$$

t_1 は再生工程の経過時間(分)

t_2 は再生工程時間(分)

t_3 は加圧ステップ時間(分)

R_1 はパージガス流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

R_2 は原料空気流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

iii) 前記i)および前記ii)でない場合、

i) の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、第1吸着塔の再生工程および第2吸着塔の吸着工程を、前記TSA装置が停止した時点から、それ以降の工程を継続して行ない、

ii) の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、共に各工程の最初から行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始し、

iii)の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、停止時点から再開した後、工程を切り替えて、第1吸着塔においては吸着工程を、第2吸着塔においては再生工程を1回行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、

TSA装置の再起動方法である。

[0026] 本発明の第4の態様においては、ii)、iii)の場合、再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス量に相当する原料空気量で吸着工程を行うことが好ましい。

発明の効果

[0027] 本発明によれば、長時間の停止後にも高純度の精製空気を供給することができる。また、本発明によれば、単独再生運転が不要であるため、再起動から、空気液化分離装置への送ガスまでに要する時間を短縮させることができる。

図面の簡単な説明

[0028] [図1]本発明における空気液化分離装置の一例を示す構成図である。

[図2]再生工程を行っている吸着塔内の時間 t_a 、 t_b 、 t_c 、 t_d におけるパージガスの温度分布を示すグラフである。

[図3]再生工程を行っている吸着塔内のパージガス流出部におけるパージガスの時間的溫度変化を示すグラフである。

[図4]実施例1において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図5]比較例1において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸

着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図6]比較例2において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図7]実施例2において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図8]実施例3において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図9]実施例4において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図10]比較例3において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図11]比較例4において、定常運転開始時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図12]比較例5において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図13]比較例6において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図14]実施例5において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図15]実施例5において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図16]実施例5において、定常運転開始時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図17]実施例6において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図18]実施例6において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図19]実施例6において、定常運転開始時に行われた吸着工程が終了した時点に

における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図20]実施例7において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図21]実施例7において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図22]実施例7において、定常運転開始時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図23]比較例7において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図24]比較例7において、再起動時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

[図25]比較例8において、定常運転開始時に行われた吸着工程が終了した時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。

符号の説明

- [0029] 5a、5b 吸着塔
 8 空気分離部
 9a、9b 大気開放弁

発明を実施するための最良の形態

- [0030] 以下、本発明の第1の態様にかかるTSA装置の再起動方法の一実施形態について、図面を用いて詳しく説明する。この説明の中では、TSA装置の停止時に、吸着塔5aが再生工程、吸着塔5bが吸着工程を行っていたものとする。
- [0031] 図3に示すように、再生工程を行っている吸着塔5aのパージガスの流出部におけるパージガスの温度は、冷却ステップの途中でピーク温度に達し、やがて次の吸着工程に適した温度まで冷却されていく。このパージガスの温度がピーク温度に達した以降の時点において、TSA装置が停止した場合、弁14a、15および大気開放弁9aを閉じる（再生工程中は、弁6a、17aは閉じている）。
- [0032] 吸着工程を行っていた吸着塔5bにおいて、TSA装置の停止後、吸着塔5bの出入口にある弁4b、6bを閉じ、大気開放弁9bを開く（吸着工程中は、弁7b、14bは閉じ

ている)。吸着塔5b内に保持されていたガスが原料空気流に対して向流方向に流出する。この時、この流出ガスにともなって吸着剤に吸着されていた不純物が脱着される。このガスの流出および不純物の脱着は吸着塔5b内の温度を低下させる。吸着塔5b内の圧力が大気圧まで減少したら、大気開放弁9bを閉じる。また、TSA装置の停止後、吸着塔5b内の熱は伝熱により外部へ放出されるため、吸着塔5b内の温度は徐々に低下する。TSA装置の再起動後、吸着工程を行っていた吸着塔5b内は原料空気の流入により再び加圧されるため、ガスの流出による温度の低下の効果が解消されるが、不純物の脱着もしくは外部への伝熱による温度の低下の効果はそのまま残る。従って、吸着塔5bはTSA装置の停止時点よりも低い温度で吸着工程を開始する。

[0033] 一般に、吸着剤の吸着容量は温度の低下に従って増加する。従って、TSA装置の再起動直後は、吸着塔5b内の吸着剤の吸着容量が停止時点よりも増えており、この増加は、TSA装置の停止中における不純物の拡散を解消するのに十分な効果を有する。

[0034] 吸着塔5a、5bにおいて上記の操作を行った上で、停止後のTSA装置を保持する。再起動を行う際は、先ず空気圧縮機1を起動し、弁4bを開く。吸着塔5b内が原料空気の流入により吸着工程圧力まで加圧される。加圧後、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から開始するとともに、弁6b、18を開き、精製された原料空気をライン7を介して空気分離部8へ送る。

[0035] 一方、再生工程を行っていた吸着塔5aにおいて、再生工程を停止時点から開始する。弁14a、15および大気開放弁9aを開くと、空気分離部8から流出する排気ガスの一部が、ライン11を介して吸着塔5aに流入した後、サイレンサー10を通過して大気に放出される。

[0036] 本発明の再起動方法の適否は、以下のように判断する。定常運転時のパージガスの流出部におけるパージガスの温度を測定するか、もしくはシミュレートすることで、パージガスの温度がピーク温度に達する時間を予測しておく。そして、TSA装置が停止したとき、再生工程開始からTSA装置停止時点までの経過時間を測定する。この経過時間が、パージガスのピーク温度に達する時間と同じか、それよりも長ければ

、本発明の再起動法が適用できる。

[0037] 以下、本発明の第2の態様にかかるTSA装置の再起動方法の一実施形態について、図面を用いて詳しく説明する。この説明の中では、TSA装置の停止時に、吸着塔5aが再生工程、吸着塔5bが吸着工程を行っているものとする。

[0038] 吸着工程を行っていた吸着塔5bにおいて、TSA装置の停止後、その出入口にある弁4b、6bを閉じ、大気開放弁9bを開く。吸着塔5b内に保持されていたガスが原料空気流に対して向流方向に流出する。この時、この流出ガスにともなって吸着剤に吸着されていた不純物が脱着される。このガスの流出および不純物の脱着は吸着塔5b内の温度を低下させる。吸着塔5b内の圧力が大気圧まで減少したら、大気開放弁9bを閉じる。また、TSA装置の停止後、吸着塔5b内の熱は伝熱により外部へ放出されるため、吸着塔5b内の温度は徐々に低下する。TSA装置の再起動後、吸着工程を行っていた吸着塔5bは原料空気の流入により再び加圧されるため、ガスの流出による温度の低下の効果が解消されるが、不純物の脱着もしくは外部への伝熱による温度の低下の効果はそのまま残る。従って、吸着塔5bはTSA装置の停止時点よりも低い温度で吸着工程を開始することになる。

[0039] 一方、再生工程を行っていた吸着塔5aにおいて、先ず、吸着塔5aに通じているラインにおける全ての弁(4a、6a、9a、14a、17a)を閉じて、吸着塔5aを封止する。次に、TSA装置の停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、(1)式を満たすかどうかを判定する。(1)式の右辺は、吸着工程を行っている吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて、吸着塔5aの再生工程を最初から行う場合、パージガスを供給するために最低限必要になる吸着塔5b内の吸着剤の吸着容量が、TSA装置の停止後にも確保できる吸着工程の経過時間を表す。従って、再生工程の経過時間 t_1 の値が(1)式の右辺の値よりも小さい場合、本発明の再起動方法が適用できる。

[0040] 吸着塔5a、5bにおいて上記の操作を行った上で、停止後のTSA装置を維持する。再起動を行う際は、先ず空気圧縮機2を起動し、弁4bを開く。吸着塔5b内が原料空気の流入により吸着工程圧力まで加圧される。加圧後、弁18を閉じたまま、TSA装置から空気分離部8への精製空気流を遮断した状態で、吸着塔5aの再生工程に

必要なパージガス流量に相当する原料空気流量(低負荷)で、吸着塔5bにおける吸着工程を最初から行う。その際、弁6b、19を開き、精製された原料空気をライン7、11を介して吸着塔5aに流入させる。

[0041] 吸着塔5bにおいて、再度吸着工程が最初から行われるので、再生工程を挟むことなく、吸着工程が1工程以上行われることになる。従って、吸着塔5bから不純物が破過する可能性が生じる。しかし、本発明の再起動方法は、再生工程の経過時間 t_1 が(1)式を満たす場合に適用されるため、吸着塔5aにおいて再生工程を最初から行うために必要な吸着塔5b内の吸着剤の吸着容量が、TSA装置の停止後にも確保される。つまり、停止直後の減圧操作による吸着容量の増加、再起動後の原料空気流量の低負荷化により、吸着工程が1工程以上行われても、不純物が破過することを防ぐことが可能になる。

[0042] 一方、吸着塔5aは、再生工程を最初から行う。大気開放弁9aを開き、吸着塔5a内のガスを放出し、大気圧まで減圧する。その後、加熱、冷却および加圧の各ステップを行う。なお、TSA装置の停止時点において、再生工程の減圧ステップが既に終了していた場合、再起動時に吸着塔5aは既に減圧された状態であるので、加熱ステップから再生工程を開始することになる。この際、吸着塔5bにおける吸着工程時間は加熱ステップから開始した再生工程時間に対応した時間になる。このように再生工程を最初から行えば、吸着剤が、停止中の放熱による温度低下で再生不良になっていても、全て加熱再生することが可能になる。

[0043] 吸着塔5a、5bにおいて、吸着工程および再生工程が終了した後、各工程を切り替え、原料空気流量を定常運転時に戻すとともに、弁19を閉じて弁18を開き、精製された原料空気をライン7を介して、空気分離部8への送ガスを開始する。

[0044] このようなTSA装置の再起動方法では、従来の単独再生運転のように、再起動後、吸着工程および再生工程を各1回以上行う必要がない。再起動から空気分離部8への送ガスまでに要する時間が1工程分だけで済むため、極めて経済的である。

[0045] 以下、本発明の第3の態様にかかるTSA装置の再起動方法の一実施形態について、図面を用いて詳しく説明する。この説明の中では、TSA装置の停止時に、吸着塔5aが再生工程、吸着塔5bが吸着工程を行っているものとする。

- [0046] TSA装置の停止後、吸着工程を行っていた吸着塔5bにおいて、その出入口にある弁4b、6bを閉じ、大気開放弁9bを開く。吸着塔5b内に保持されていたガスが原料空気流に対して向流方向に流出する。この時、この流出ガスにともなう吸着剤に吸着されていた不純物が脱着される。このガスの流出および不純物の脱着は吸着塔5b内の温度を低下させる。吸着塔5b内の圧力が大気圧まで減少したら、大気開放弁9bを閉じる。また、TSA装置の停止後、吸着塔5b内の熱は伝熱により外部へ放出されるため、吸着塔5b内の温度は徐々に低下する。TSA装置の再起動後、吸着塔5bは原料空気の流入により再び加圧されるため、ガスの流出による温度の低下の効果は解消されるが、不純物の脱着もしくは外部への伝熱による温度の低下の効果はそのまま残る。従って、吸着塔5bはTSA装置の停止時点よりも低い温度で吸着工程を開始する。
- [0047] 一方、吸着塔5aは、再生工程のどのステップであつたかにかかわらず、吸着塔5aに通じているラインの全ての弁(4a、6a、9a、14a、17a)を閉じて、吸着塔5aを封止する。
- [0048] 吸着塔5a、5bにおいて上記の操作を行った上で、停止後のTSA装置を維持する。再起動を行う際は、先ず空気圧縮機1を起動し、弁4bを開く。吸着塔5b内が原料空気の流入により吸着工程圧力まで加圧される。加圧の終了後、弁18を閉じたまま、TSA装置から空気分離部8への精製空気流を遮断した状態で、吸着塔5aの再生工程に必要なパージガス流量に相当する原料空気流量(低負荷)で、吸着塔5bにおける吸着工程を停止時点から開始する。その際、弁6b、19を開き、精製された原料空気をライン7、11を介して吸着塔5aに流入させる。
- [0049] 一方、吸着塔5aは、再生工程を停止時点から開始する。吸着塔5aにおける再起動操作は、再生工程のどのステップにおいてTSA装置が停止したかにより、以下の4通りに分かれる。
- (1)減圧ステップ中に停止した場合
- 大気開放弁9aを開き、吸着塔5a内のガスを放出し、大気圧まで減圧することにより、残りの減圧ステップを行う。減圧ステップの終了後、加熱ステップに入り、通常の再生工程を続ける。

(2) 加熱ステップ中に停止した場合

弁12、14aを開き、吸着塔5bからの精製空気を加熱設備13を介して所定の温度まで加熱し、この精製空気を加熱パージガスとして吸着塔5aに流入させることにより、残りの加熱ステップを行う。同時に、大気開放弁9aを開き、吸着塔5aから流出する加熱パージガスをサイレンサー10を介して放出する。加熱ステップの終了後、冷却ステップに入り、通常の再生工程を続ける。

(3) 冷却ステップ中に停止した場合

弁14a、15を開き、冷却ガスを吸着塔5aに流入させることにより、残りの冷却ステップを行う。同時に、大気開放弁9aを開いて、吸着塔5aから流出する冷却ガスをサイレンサー10を介して放出する。冷却ステップの終了後、加圧ステップに入り、通常の再生工程を続ける。

(4) 加圧ステップ中に停止した場合

弁17aを開いて、吸着塔5bからの精製空気を吸着塔5aに流入させることにより、残りの加圧ステップを行い、再生工程を終了する。

[0050] 加熱ステップの途中あるいは冷却ステップの初期において、TSA装置が長時間停止すると、吸着塔5a内の吸着剤の加熱再生が中断され、吸着剤が未再生のまま、熱が伝熱により外部へ放出される。再起動後に再生工程を継続しても加熱不足が生じるため、吸着剤の加熱再生を適切に行うことができない。従って、吸着塔5aにおいて、次の吸着工程を定常運転時と同様の原料空気流量で行うと、不純物が破過する可能性がある。

[0051] このような場合に対処するため、再起動後、空気分離部8への送ガスの前に、上記再生工程を終了した吸着塔5aにおいて吸着工程を、上記吸着工程を終了した吸着塔5bにおいて再生工程を低負荷の状態で、更にもう1回行う。低負荷の状態であれば、たとえ吸着塔5a内の吸着剤が未再生であったとしても、次の吸着工程において得られる精製空気の量を、吸着塔5bの再生工程に必要な量に限定するため、吸着塔5aから不純物が破過することはない。従って、吸着塔5bの再生工程は適切に行われる。続いて、吸着塔5aにおいて、吸着工程を再生工程に切り替えた後、原料空気流量を定常運転時に戻し、弁19を閉じて弁18を開き、空気分離部8への送ガスを

開始する。

[0052] このようなTSA装置の再起動方法では、単独再生運転のように、再起動後、各吸着塔で、吸着工程、再生工程を初めからそれぞれ1回以上行う必要がないため、再起動から空気分離部8への送ガスまでに要する時間を短縮することができる。また、再生工程がどのステップであったかにかかわらず、TSA装置の再起動を行うことができるので、このTSA装置の再起動方法を計画停止、緊急停止の両方に適用することができる。

[0053] 以下、本発明の第4の態様にかかるTSA装置の再起動方法の一実施形態について、説明する。

[0054] 先ず、TSA装置が停止した時点を下の3つの場合i)～iii)に判別する。

i) 再生工程中の第1吸着塔から流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合。

ii) 再生工程中の第1吸着塔において、停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、以下の式を満たす場合。

$$t_1 < t_2 - (R_1/R_2) \times (t_2 - t_3)$$

t_1 は再生工程の経過時間(分)

t_2 は再生工程時間(分)

t_3 は加圧ステップ時間(分)

R_1 はパージガス流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

R_2 は原料空気流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

iii) 前記i) および前記ii) でない場合。

[0055] 判別方法としては、例えば、以下のものが挙げられる。

i) の場合は、以下のように判別される。

定常運転時のパージガスの流出部におけるパージガスの温度を測定するか、もしくはシミュレートすることで、パージガスの温度がピーク温度に達する時間を予測しておく。そして、再生工程開始からTSA装置停止時点までの経過時間を測定する。この経過時間が、パージガスのピーク温度に達する時間と同じか、それよりも長ければ、i) の場合となる。

ii)の場合は、TSA装置の停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、(1)式を満たすかどうかを判定することにより、判別される。

iii)の場合は、i)およびii)と判別されなかった場合である。

[0056] 判別後、i)の場合には、本発明の第1の態様にかかるTSA装置の再起動方法、ii)の場合には、本発明の第2の態様にかかるTSA装置の再起動方法、iii)の場合には、本発明の第3の態様にかかるTSA装置の再起動方法が用いられる。すなわち、TSA装置の停止した時点によって、本発明の第1ないし3の態様にかかるTSA装置の再起動方法が使い分けられる。

従って、本発明の第4の態様にかかるTSA装置の再起動方法は、TSA装置の停止した時点にかかわらず、再起動から空気分離部8への送ガスまでに要する時間を短縮することができる。また、計画停止、緊急停止の両方に適用することができる。

[0057] なお、吸着塔5a、5bには、i)～iii)の場合を自動的に判別するための計測器(図示せず。)が備え付けられていてもよい。また、この計測器には、本発明のTSA装置の再起動方法を実施するために各弁および原料空気圧縮機1を制御する制御装置(図示せず。)と通信可能に接続されていてもよい。これら計測器と制御装置が通信可能に接続されることにより、計測器の判別結果が制御装置に送信され、この判別結果に従って、制御装置が動作することができる。すなわち、本発明の第4の態様にかかるTSA装置の再起動方法を自動的に行うことができる。

実施例

[0058] 以下、実施例により、本発明をさらに詳しく説明する。本発明は、下記実施例に何ら制限されるものではない。なお、以下の実施例および比較例において、TSA装置の停止時に、吸着塔5aが再生工程を、吸着塔5bが吸着工程を行っているものとする。

[0059] 本発明の効果を、シミュレーションで確かめた。

吸着塔にガスの流出入がない停止期間において、吸着塔内のガスの濃度や温度の分布は時間の経過とともに均一化する。この状況を模擬するため、シミュレーションでは、吸着塔内の物質収支および熱収支の計算式中に、軸方向ガス分散および軸方向熱伝導を考慮した。停止中におけるガスの濃度分布の変化を、濃度分布を推進力とする拡散および温度分布に基づく対流として表現した。停止中におけるガスの温

度分布の変化は、温度分布を推進力とする伝熱として表現した。そして、再起動後の吸着工程の終了時点で得られる、吸着塔の精製空気の流出部における二酸化炭素濃度を計算した。また、この結果を定常運転中に吸着工程を行っている吸着塔の精製空気の流出部における二酸化炭素濃度と比較した。シミュレーションの詳細は、日本酸素技報No. 22, 13-18(2003)に開示されている。

[0060] [実施例1]

実施例1では、図1に示された空気液化分離装置を想定し、本発明の第1の態様のシミュレーションを行った。シミュレーションでの数値条件を以下に示す。

水分吸着剤：プロカタリーゼ社製活性アルミナ(層高：0.88m)

二酸化炭素吸着剤：グレース社製Na-Xゼオライト(層高：0.65m)

原料空気圧力：620kPa(絶対圧)

原料空気温度：40℃

パージガス率(パージガス流量／原料空気流量)：40%

加熱ガス温度：200℃

吸着工程時間：120分

再生工程時間：120分(減圧ステップ：3分、加熱ステップ：43分、冷却ステップ：62分、加圧ステップ：12分)

[0061] 上記の数値条件で、定常運転中に再生工程を行っている吸着塔5a内の温度変化を予備計算した。吸着塔内のパージガスの流出部では、再生工程の開始から約60分後に温度が上昇し、約75分後にピーク温度に達し、その後なだらかに下降した。従って、上記の数値条件では、再生工程の開始から約75分後に、全ての吸着剤が加熱される。

[0062] 再生工程の開始から90分後にTSA装置が停止したとして、シミュレーションを行った。

TSA装置の停止後、再生工程を行っていた吸着塔5aを全ての弁を閉じた状態で維持し、一方、吸着工程を行っていた吸着塔5b内を減圧した後、全ての弁を閉じた状態で維持したものとした。本シミュレーションでは、72時間経過後、再起動直前に、吸着塔5b内を原料空気により620kPaまで加圧し、その後、吸着工程を停止時点

から再開したものとした。一方、吸着塔5aにおいて、再起動後、再生工程を停止時点から再開したものとした。

[0063] 図4は、上記条件に従って再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。なお、基準吸着工程とは、定常運転時の吸着工程終了時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布のことである。吸着塔の精製空気の流出部(層高:1.53m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約0.8ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて、再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が低いことを示す。

[0064] 一方、再起動後の吸着塔5aは、続けて再生工程を行った。次の吸着工程が終了した時点での、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度は、基準吸着工程と同じであることを、シミュレーションにより確認した。

[0065] 従って、72時間という長時間停止しても、本発明の第1の態様の再起動方法を用いることで、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。流出ガスの温度がピーク温度を示す75分後以降であれば、どの時点で停止しても二酸化炭素濃度は定常運転時よりも増加しないことを、シミュレーションにより確認した。

[0066] [比較例1]

比較例1では、本発明の第1の態様において、再生工程を行っていた吸着塔5a内のパージガスの流出部におけるパージガスの温度が、ピーク温度に達する前にTSA装置が停止し、再起動を行った場合の吸着塔5a内の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例1と同じである。

[0067] 実施例1の数値条件では、再生工程開始から75分後に、吸着塔内のパージガスの流出部におけるパージガスの温度がピーク温度に達する。本シミュレーションでは、再生工程開始から73分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例1と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から再開し、続いて再生工程を行ったものとした。一方、吸着塔5aは、再起動後、再生工程を停止時点から再開し、続いて吸着工程を行ったものとした。

[0068] 図5は、上記条件に従って行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。吸着塔の精製空気の流出部(層高: 1.53m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5aの二酸化炭素濃度が約2.5ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて、再起動後に吸着塔5aから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が高いことを示す。本発明の第1の態様の再起動方法から逸脱してTSA装置を運転すると、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加する。

[0069] 一方、再起動後、開始された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度は、図4に示された再起動後の二酸化炭素濃度と同様に、基準吸着工程と比べて減少することを、シミュレーションにより確認した。

[0070] [比較例2]

比較例2では、本発明の第1の態様において、TSA装置の停止後、吸着工程を行っていた吸着塔5b内を減圧せずに維持した場合の吸着塔5b内の精製空気の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションでの数値条件は、実施例1と同じである。

[0071] 本シミュレーションでは、再生工程開始から76分後にTSA装置を停止したものとした。その後、吸着塔5aを、全ての弁を閉じた状態で維持し、一方、吸着塔5bを減圧せずに、全ての弁を閉じた状態で維持したものとした。本シミュレーションでは、吸着塔5bが吸着工程圧力を維持しているため、72時間経過後、再起動直前に、吸着塔5bを加圧することなく、吸着工程を停止時点から再開したものとした。一方、吸着塔5aは、再起動後、再生工程を停止時点から再開したものとした。

[0072] 図6は、上記条件で再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。吸着塔の精製空気の流出部(層高: 1.53m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約2.4ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて、再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が高いことを示す。本発明の第1の態様の再起動方法から逸脱してTSA装置を運転すると、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加する。

[0073] [実施例2]

実施例2では、実施例1のいくつかの条件を変更して、本発明の第1の態様のシミュレーションを行った。本シミュレーションの数値条件を以下に示す。

水分吸着剤：プロカターゼ社製活性アルミナ（層高：0.28m）

二酸化炭素吸着剤：グレース社製Na-Xゼオライト（層高：0.32m）

原料空気圧力：620kPa

原料空気温度：10℃

パージガス率（パージガス流量／原料空気流量）：15%

加熱ガス温度：150℃

吸着工程時間：240分

再生工程時間：240分（減圧ステップ：6分、加熱ステップ：86分、冷却ステップ：124分、加圧ステップ：24分）

[0074] 上記の条件で、定常運転中に再生工程を行っている吸着塔5a内のパージガスの流出部におけるパージガスの温度を計算した結果、再生工程開始から142分後にピーク温度に達した。そこで、再生工程開始から145分後にTSA装置を停止したものとした。その後、実施例1と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から再開したものとした。一方、吸着塔5aは、再起動後、再生工程を停止時点から再開したものとした。

[0075] 図7は、上記条件に従って再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。吸着塔の精製空気の流出部（層高：1.53m）において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約0.2ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約0.2ppmであった。この結果は、停止前と再起動後の精製空気中の二酸化炭素濃度がほぼ同じであることを示す。

[0076] 一方、再起動後、続けて再生工程を行い、次の吸着工程が終了した時点での、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布は、基準吸着工程と同じであることを、シミュレーションにより確認した。

[0077] 72時間という長時間停止しても、本発明の第1の態様の再起動方法を用いると、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。流出ガスの温度がピーク温度を示す145分後以降であれば、どの時点で

停止しても、二酸化炭素濃度は定常運転時よりも増加しないことを、シミュレーションにより確認した。

[0078] [実施例3]

実施例3では、図1の空気液化分離装置を想定し、本発明の第2の態様のシミュレーションを行った。本シミュレーションの数値条件を以下に示す。

水分吸着剤:プロカタリーゼ社製活性アルミナ(層高:0.88m)

二酸化炭素吸着剤:グレース社製Na-Xゼオライト(層高:0.65m)

原料空気圧力:620kPa

原料空気温度:40℃

パージガス率(パージガス流量/原料空気流量):40%

加熱ガス温度:200℃

吸着工程時間:120分

再生工程時間:120分(減圧ステップ:3分、加熱ステップ:43分、冷却ステップ:62分、加圧ステップ:12分)

[0079] 上記の数値条件において、本発明の第2の態様の再起動方法が適用できる範囲を(1)式を用いて計算した。

$$t_1 < 120\text{分} - 0.40 \times (120\text{分} - 12\text{分}) = 76.8\text{分}$$

計算結果から、再生工程の経過時間 t が76.8分未満であれば、本発明の第2の態様の再起動方法が適用可能である。

[0080] 再生工程の開始から70分後にTSA装置が停止したものとした。TSA装置の停止後、再生工程を行っていた吸着塔5aを、全ての弁を閉じた状態で維持し、一方、吸着工程を行っていた吸着塔5bを減圧した後、全ての弁を閉じた状態で維持したものとした。本シミュレーションでは、72時間経過後、再起動直前に、吸着塔5b内を原料空気により620kPaまで加圧し、その後、吸着工程を低負荷の状態で最初から行ったものとした。一方、吸着塔5aは、再起動後、再生工程を吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて最初から行ったものとした。

[0081] 図8は、上記条件に従って行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:1.53m)

において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約1.3ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて、再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が低いことを示す。また、この精製空気をパージガスとして用いて再生工程を行った吸着塔5aの全ての吸着剤が適切に加熱再生されたことを示す。従って、各工程の終了後、定常運転を開始し、空気分離部8への送ガスを行うことが可能になる。

[0082] 以上の結果から、72時間という長時間停止しても、本発明の第2の態様の再起動方法を用いることで、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。(1)式の計算結果である76.8分前であれば、どの時点で停止しても、二酸化炭素濃度は定常運転時よりも増加しないことを、シミュレーションにより確認した。

[0083] [実施例4]

実施例4では、実施例3で用いられた各数値条件を変更して、本発明の第2の態様のシミュレーションを行った。本シミュレーションの数値条件を以下に示す。

水分吸着剤:プロカタリーゼ社製活性アルミナ(層高:0.28m)

二酸化炭素吸着剤:グレース社製Na-Xゼオライト(層高:0.32m)

原料空気圧力:620kPa

原料空気温度:10℃

パージガス率(パージガス流量/原料空気流量):15%

加熱ガス温度:150℃

吸着工程時間:240分

再生工程時間:240分(減圧ステップ:6分、加熱ステップ:86分、冷却ステップ:124分、加圧ステップ:24分)

[0084] 上記の数値条件において、本発明の第2の態様の再起動方法が適用できる範囲を(1)式を用いて計算した。

$$t < 240 \text{分} - 0.15 \times (240 \text{分} - 24 \text{分}) = 207.6 \text{分}$$

計算結果から、再生工程の経過時間が207.6分未満であれば、本発明の第2の態様の再起動方法が適用可能である。再生工程の開始から205分後にTSA装置が

停止したものとした。その後、実施例3と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を低負荷の状態から行ったものとした。一方、再起動後、吸着塔5aは、再生工程を吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて最初から行ったものとした。

[0085] 図9は、上記条件での吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:0.60m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約0.3ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約0.1ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて、再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が低いことを示す。また、この精製空気をパージガスとして用いて再生工程を行った吸着塔5aの、全ての吸着剤が加熱再生されたことを示す。従って、各工程の終了後、定常運転を開始し、空気分離部8への送ガスを行うことが可能になる。

[0086] 以上の結果から、72時間という長時間停止しても、本発明の第2の態様の再起動方法を用いることで、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。(1)式の計算結果である207.6分前であれば、どの時点で停止しても、二酸化炭素濃度は定常運転時よりも増加しないことを、シミュレーションにより確認した。

[0087] [比較例3]

実施例3における数値条件において、本発明の第2の態様の再起動方法を適用できるのは76.8分までである。比較例3では、本発明の第2の態様において、76.8分以降にTSA装置を停止し、再起動を行った場合の吸着塔5b内の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例3と同じである。

[0088] 本シミュレーションでは、再生工程開始から90分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例3と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を低負荷の状態から最初から行ったものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて最初から行ったものとした。

[0089] 図10は、上記条件での吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:1.53m)において、基

準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約11.5ppmであった。この結果は、定常運転時と比べて再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が高いことを示す。また、この精製空気をパージガスとして用いて再生工程を行った吸着塔5aに、不純物が流入することを示す。従って、(1)式から求めた時間範囲外では、さらに数回の単独再生運転を実施しなければならない。

[0090] [比較例4]

比較例4では、本発明の第2の態様において、TSA装置の再起動後、吸着工程および再生工程を最初からではなく、停止時点以降から再開した場合の吸着塔5a内の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションでの数値条件は、実施例3と同じである。

[0091] 本シミュレーションでは、吸着塔5aの再生工程の開始から64分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例1と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で吸着工程を再開したものとした。この時、吸着塔5bから不純物が破過しないことをシミュレーションにより確認した。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて再開したものとした。各工程の終了後、定常運転を開始したものとした。

[0092] 図11は、上記条件で、定常運転開始後、最初の吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:1.53m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約1.7ppm、上記条件における吸着塔5aの二酸化炭素濃度が約1.9ppmであった。この結果は、定常運転時よりも、再起動後に吸着塔5aから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が高いことを示す。(1)式から求めた時間範囲内であっても、本発明の第2の態様の再起動方法から逸脱してTSA装置を再起動すると、定常運転よりも高い二酸化炭素濃度となり好ましくない。

[0093] [比較例5]

実施例4の数値条件で、本発明の第2の態様の再起動方法を適用できるのは207.6分までである。比較例5では、本発明の第2の態様において、207.6分以降にT

SA装置が停止し、再起動を行った場合の吸着塔5a、5b内の精製空気の流出部における二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例4と同じである。

[0094] 本シミュレーションでは、再生工程開始から230分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例4と同様に、吸着塔5bは、吸着工程を低負荷の状態で最初から行ったものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて最初から行ったものとした。

[0095] 図12は、上記条件で行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:0.60m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約0.3ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約1.2ppmであった。この結果は、定常運転時よりも、再起動後に吸着塔5bから流出する精製空気中の二酸化炭素濃度が高いことを示す。また、この精製空気をパージガスとして用いて再生工程を行った吸着塔5aにおいて、吸着剤に不純物が吸着することを示す。従って、(1)式から求めた時間範囲外では、さらに数回の単独再生運転を実施しなければならない。

[0096] [比較例6]

比較例5で、(1)式から求めた時間範囲の限界値から20分以上超えた時点において、TSA装置が停止すると、再起動後、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することを示した。比較例6では、本発明の第2の態様において、(1)式から求めた時間範囲の限界値を少し過ぎた時点において、TSA装置が停止し、再起動を行った場合の吸着塔5bの精製空気の流出部における二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例4と同じである。

[0097] 本シミュレーションでは、再生工程開始から215分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例4と同様の操作を行い、吸着塔5bにおいて、吸着工程を低負荷の状態で最初から行ったものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出する精製空気をパージガスとして用いて最初から行ったものとした。

[0098] 図13は、上記条件で行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の

二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。精製空気の流出部(層高:0.60m)において、基準吸着工程の二酸化炭素濃度が約0.3ppm、上記条件における吸着塔5bの二酸化炭素濃度が約0.4ppmであった。この結果は、再起動後の精製空気中の二酸化炭素濃度は、比較例5と比べると3分の1に低下したが、定常運転時と比べて高いことを示す。また、この精製空気をパージガスとして用いて再生工程を行った吸着塔5aにおいて、吸着剤に不純物が吸着することを示す。(1)式から求めた時間範囲外でTSA装置が停止した場合、定常運転を行うためには、さらに数回の単独再生運転を実施しなければならない。

[0099] [実施例5]

実施例5では、本発明の第3の態様のシミュレーションを行った。本シミュレーションの数値条件を以下に示す。

水分吸着剤:プロカターゼ社製活性アルミナ(層高:0.88m)

二酸化炭素吸着剤:グレース社製Na-Xゼオライト(層高:0.65m)

原料空気圧力:620kPa(絶対圧)

原料空気温度:40℃

パージガス率(パージガス流量/原料空気流量):40%

加熱ガス温度:200℃

吸着工程時間:120分

再生工程時間:120分(減圧ステップ:3分、加熱ステップ:43分、冷却ステップ:62分、加圧ステップ:12分)

[0100] 本シミュレーションでは、吸着塔5aの再生工程の開始から76分後にTSA装置が停止したものとした。

[0101] TSA装置の停止後、再生工程を行っていた吸着塔5aを、全ての弁を閉じた状態で維持し、一方、吸着工程を行っていた吸着塔5bを、吸着塔5b内を減圧した後、全ての弁を閉じた状態で維持したものとした。本シミュレーションでは、72時間経過後、再起動直前に、吸着塔5b内を原料空気により620kPa(絶対圧)まで加圧し、その後、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で再開したものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出するパージガスを用いて再開したものとし

た。

- [0102] 図14は、上記条件で再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、上記条件における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度が低い。
- [0103] 再起動後、上記再生工程が終了した吸着塔5aにおいて低負荷の状態で吸着工程を、上記吸着工程が終了した吸着塔5bにおいて再生工程を1回行ったものとした。図15は、再起動後、再生工程に続いて行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。このときの基準吸着工程とは、定常運転時の吸着工程終了時点における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布のことである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度が低い。
- [0104] 低負荷の状態で行われた上記の各工程の終了後、工程を切り替えて、定常運転を開始し、空気分離部8への送ガスを行ったものとした。図16は、空気分離部8への送ガスの開始時に行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。送ガス後の吸着工程終了時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度は、送ガス前の二酸化炭素濃度よりも基準吸着工程に近づいているが、超えてはいない。
- [0105] 72時間という長時間停止しても、本発明の第3の態様の再起動方法を用いると、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。
- [0106] [実施例6]
- 実施例6では、実施例5のシミュレーションにおいて、吸着塔5aの再生工程の開始から73分後にTSA装置が停止した場合の吸着塔5a、5b内の精製空気の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの計算条件は、実施例5と同じである。
- [0107] 再生工程開始から73分後にTSA装置が停止し、実施例5と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で再開したものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出するページガスを用いて再開したものとした。

- [0108] 図17は、上記条件に従って再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、上記条件における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度が低い。
- [0109] 再起動後、上記再生工程が終了した吸着塔5aにおいて低負荷の状態で吸着工程を、上記吸着工程が終了した吸着塔5bにおいて再生工程を1回行ったものとした。図18は、再起動後、再生工程に続いて行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度が低い。
- [0110] 低負荷の状態で行われた上記の各工程の終了後、定常運転を開始し、空気分離部8への送ガスを行ったものとした。図19は、空気分離部8への送ガスの開始時に行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。送ガス後の吸着工程終了時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度は、送ガス前の二酸化炭素濃度よりも基準吸着工程に近づいているが、超えてはいない。
- [0111] [実施例7]
- 実施例7では、実施例5のシミュレーションにおいて、吸着塔5aの再生工程の開始から30分後にTSA装置が停止した場合の吸着塔5a、5b内の精製空気の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例5と同じである。
- [0112] 再生工程開始から30分後にTSA装置が停止し、実施例5と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で再開したものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、吸着塔5bから流出するパージガスを用いて停止時点から再開したものとした。
- [0113] 図20は、上記条件に従って再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、上記条件における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度が低い。
- [0114] 再起動後、上記再生工程が終了した吸着塔5aにおいて低負荷の状態で吸着工程を、上記吸着工程が終了した吸着塔5bにおいて再生工程を1回行ったものとした。図21は、再起動後、再生工程に続いて行われた吸着工程が終了した時点における

、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度が低い。

[0115] 低負荷の状態で行われた上記の各工程の終了後、定常運転を開始し、空気分離部8への送ガスを行ったものとした。図22は、空気分離部8への送ガスの開始時に行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。送ガス後の吸着工程終了時点における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度は、送ガス前の二酸化炭素濃度よりも基準吸着工程に近づいているが、超えてはいない。

[0116] 本発明の第3の態様の再起動方法を用いることにより、精製空気中の二酸化炭素濃度が定常運転時よりも増加することなく、TSA装置を再起動できる。再生工程のどの時点で停止しても、二酸化炭素濃度は定常運転時よりも増加しないことを、シミュレーションにより確認した。

[0117] [比較例7]

比較例7では、本発明の第3の態様において、TSA装置の停止後、吸着工程を行っていた吸着塔5b内を減圧せずに維持した場合の吸着塔5a、5b内の精製空気の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例5と同じである。

[0118] 本シミュレーションでは、再生工程開始から76分後にTSA装置を停止したものとした。その後、再生工程を行っていた吸着塔5aを、全ての弁を閉じた状態で維持し、一方、吸着工程を行っていた吸着塔5bを減圧せずに、全ての弁を閉じた状態で維持したものとした。本シミュレーションでは、吸着塔5bが吸着工程圧力を維持しているため、72時間経過後、再起動直前に、吸着塔5bを加圧することなく、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で再開したものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、停止時点から吸着塔5bから流出するパージガスを用いて再開したものとした。

[0119] 図23は、上記条件に従って再開された吸着工程が終了した時点における、吸着塔5b内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、上記条件における吸着塔5b内の二酸化炭素濃度が高い。

[0120] 再起動後、上記再生工程が終了した吸着塔5aにおいて低負荷の状態で吸着工程を、上記吸着工程が終了した吸着塔5bにおいて再生工程を1回行ったものとした。図24は、再起動後、再生工程に続いて行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度が高い。

[0121] 本発明の第3の態様の再起動方法から逸脱してTSA装置を再起動すると、低負荷運転であっても、吸着塔5a、5bの再生が完全には行われず、定常運転を開始して空気分離部8への送ガスを行うと、精製空気中の不純物濃度が定常運転時よりも増加する。

[0122] [比較例8]

比較例8として、本発明の第3の態様において、TSA装置の再起動後、空気分離装置8への送ガスを行う前に、吸着工程または再生工程を低負荷の状態で1回分行わなかった場合の吸着塔5a、5b内の二酸化炭素濃度を計算した。本シミュレーションの数値条件は、実施例5と同じである。

[0123] 本シミュレーションでは、再生工程の開始から73分後にTSA装置が停止したものとした。その後、実施例5と同様に、吸着塔5bにおいて、吸着工程を停止時点から低負荷の状態で再開したものとした。一方、再起動後の吸着塔5aの再生工程は、停止時点から吸着塔5bから流出するパージガスを用いて再開したものとした。各工程の終了後、定常運転を開始して空気分離部8への送ガスを行ったものとした。

[0124] 図25は、上記条件に従って行われた吸着工程が終了した時点における、吸着塔5a内の二酸化炭素濃度分布を示すグラフである。基準吸着工程の二酸化炭素濃度よりも、上記条件における吸着塔5a内の二酸化炭素濃度が高い。本発明の第3の態様の再起動方法から逸脱してTSA装置を再起動し、定常運転を開始して空気分離部8への送ガスを行うと、精製空気中の不純物濃度が定常運転時よりも増加する。

産業上の利用可能性

[0125] 以上のように、本発明によれば、TSA装置の長時間の停止後にも、単独再生運転が不要であるため、再起動から、空気液化分離装置への送ガスまでに要する時間を短縮させることができるから、産業上有用である。

請求の範囲

- [1] 空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

再生工程中の第1吸着塔から流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、第1吸着塔の再生工程および第2吸着塔の吸着工程を、前記TSA装置が停止した時点から、それ以降の工程を継続して行なう、

TSA装置の再起動方法。

- [2] 前記TSA装置に供給される原料空気の温度が5～45℃、圧力が400～1000kPa(絶対圧)である請求項1記載のTSA装置の再起動方法。

- [3] 空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着(TSA)装置の再起動方法であって、

再生工程中の第1吸着塔において、停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、以下の式を満たす場合、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

$$t_1 < t_2 - (R_1 / R_2) \times (t_2 - t_3)$$

t_1 は再生工程の経過時間(分)

t_2 は再生工程時間(分)

t_3 は加圧ステップ時間(分)

R_1 はパージガス流量(Nm³/時間)

R_2 は原料空気流量(Nm³/時間)

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、共に各工程の最初から行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、

TSA装置の再起動方法。

- [4] 再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス量に相当する原料空気量で吸着工程を行う請求項3記載のTSA装置の再起動方法。

- [5] 前記TSA装置に供給される原料空気の温度が5～45℃、圧力が400～1000kPa（絶対圧）である請求項3記載のTSA装置の再起動方法。

- [6] 空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着（TSA）装置の再起動方法であって、

停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、停止時点から再開した後、工程を切り替えて、第1吸着塔においては吸着工程を、第2吸着塔においては再生工程を1回行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、

TSA装置の再起動方法。

- [7] 再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス量に相当する原料空気量で吸着工程を行う請求項6記載のTSA装置の再起動方法。

- [8] 空気液化分離装置の原料空気を精製する温度スイング吸着（TSA）装置の再起動方法であって、

前記TSA装置が停止した時点を以下の3つの場合i)～iii)に判別し、

i) 再生工程中の第1吸着塔から流出したパージガスの温度が再生工程でのピーク温度となった時点、もしくはそれ以降の時点で、前記TSA装置が停止した場合、

ii) 再生工程中の第1吸着塔において、停止時点における再生工程の経過時間 t_1 が、以下の式を満たす場合、

$$t_1 < t_2 - (R_1/R_2) \times (t_2 - t_3)$$

t_1 は再生工程の経過時間(分)

t_2 は再生工程時間(分)

t_3 は加圧ステップ時間(分)

R_1 はパージガス流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

R_2 は原料空気流量($\text{Nm}^3/\text{時間}$)

iii) 前記i) および前記ii) でない場合、

i) の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、第1吸着塔の再生工程および第2吸着塔の吸着工程を、前記TSA装置が停止した時点から、それ以降の工程を継続して行ない、

ii) の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、共に各工程の最初から行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始し、

iii) の場合には、停止時に、再生工程中の第1吸着塔は、出入口弁と大気開放弁を閉じ、吸着工程中の第2吸着塔は、出入口弁を閉じ、大気開放弁を開いて吸着工程における原料空気流れに対して向流方向へガスを放出した後、大気開放弁を閉じ、

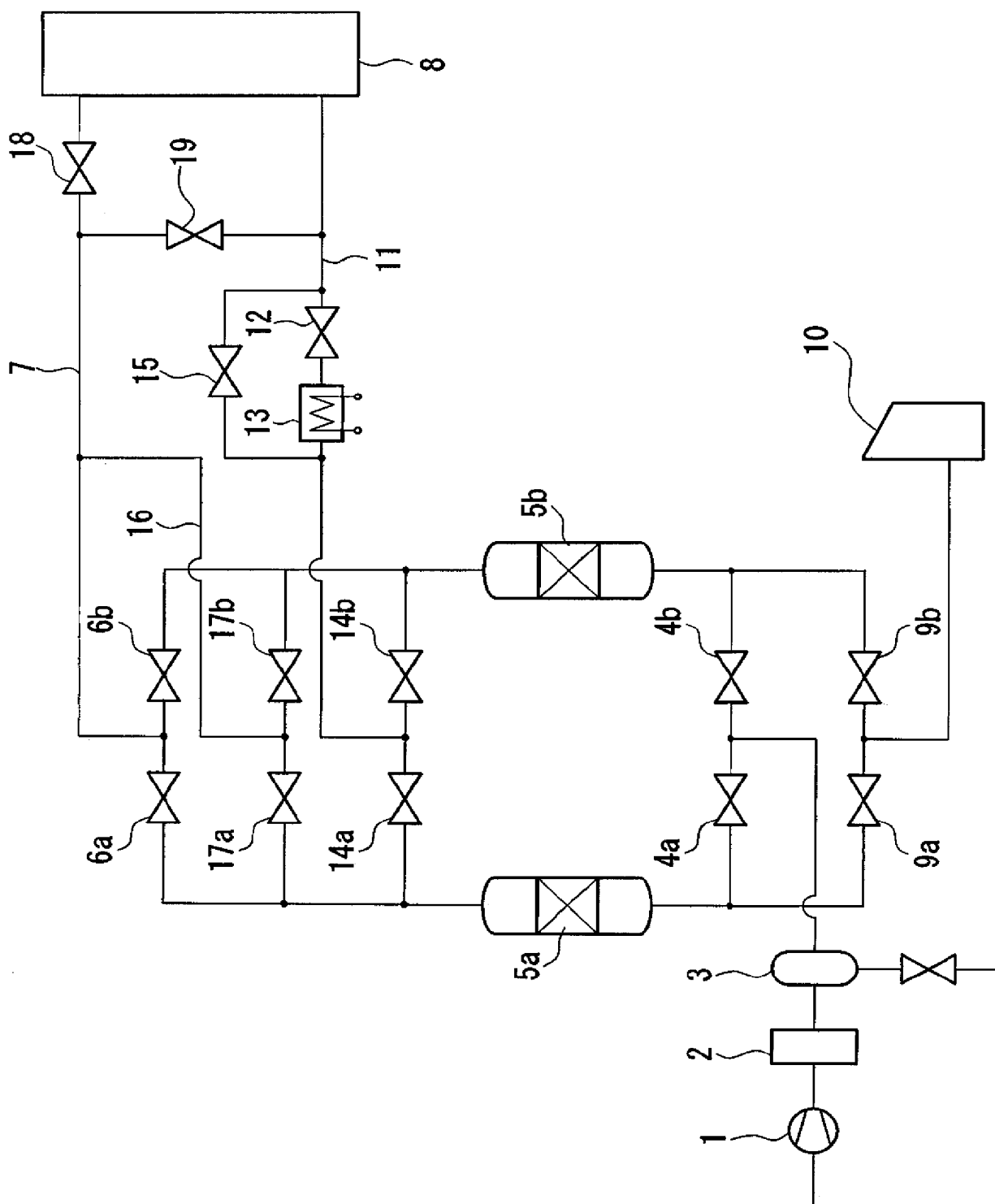
再起動直前に、第2吸着塔を吸着工程に必要な圧力まで原料空気で加圧し、

再起動後に、前記TSA装置から空気分離部への精製空気流を遮断したまま、第1吸着塔においては再生工程を、第2吸着塔においては吸着工程を、停止時点から再

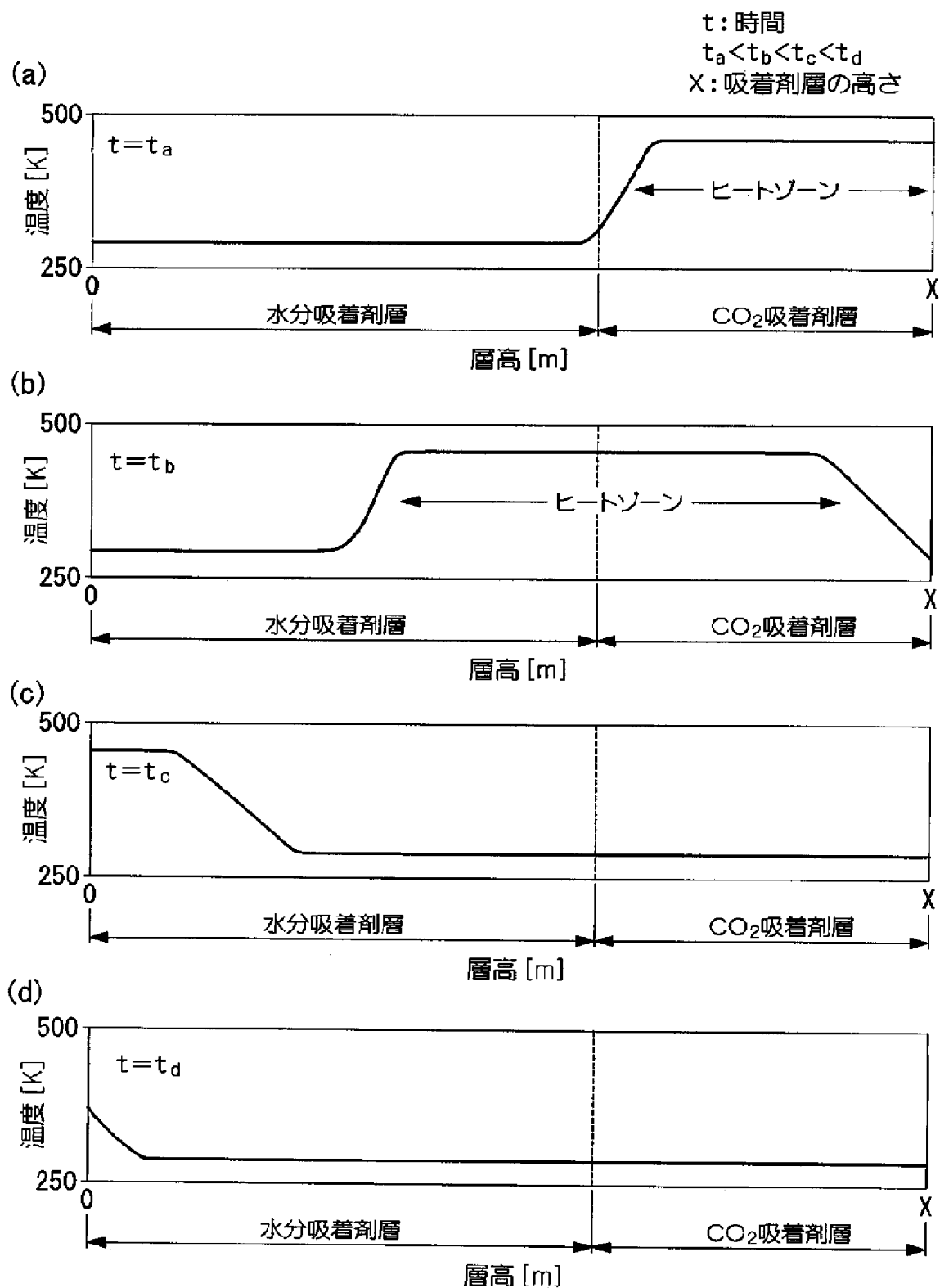
開した後、工程を切り替えて、第1吸着塔においては吸着工程を、第2吸着塔においては再生工程を1回行った後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始する、TSA装置の再起動方法。

- [9] 前記ii)、iii)の場合、再起動後、空気分離部へ精製空気の送ガスを開始するまで、吸着塔の再生工程に必要なパージガス量に相当する原料空気量で吸着工程を行う請求項8記載のTSA装置の再起動方法。

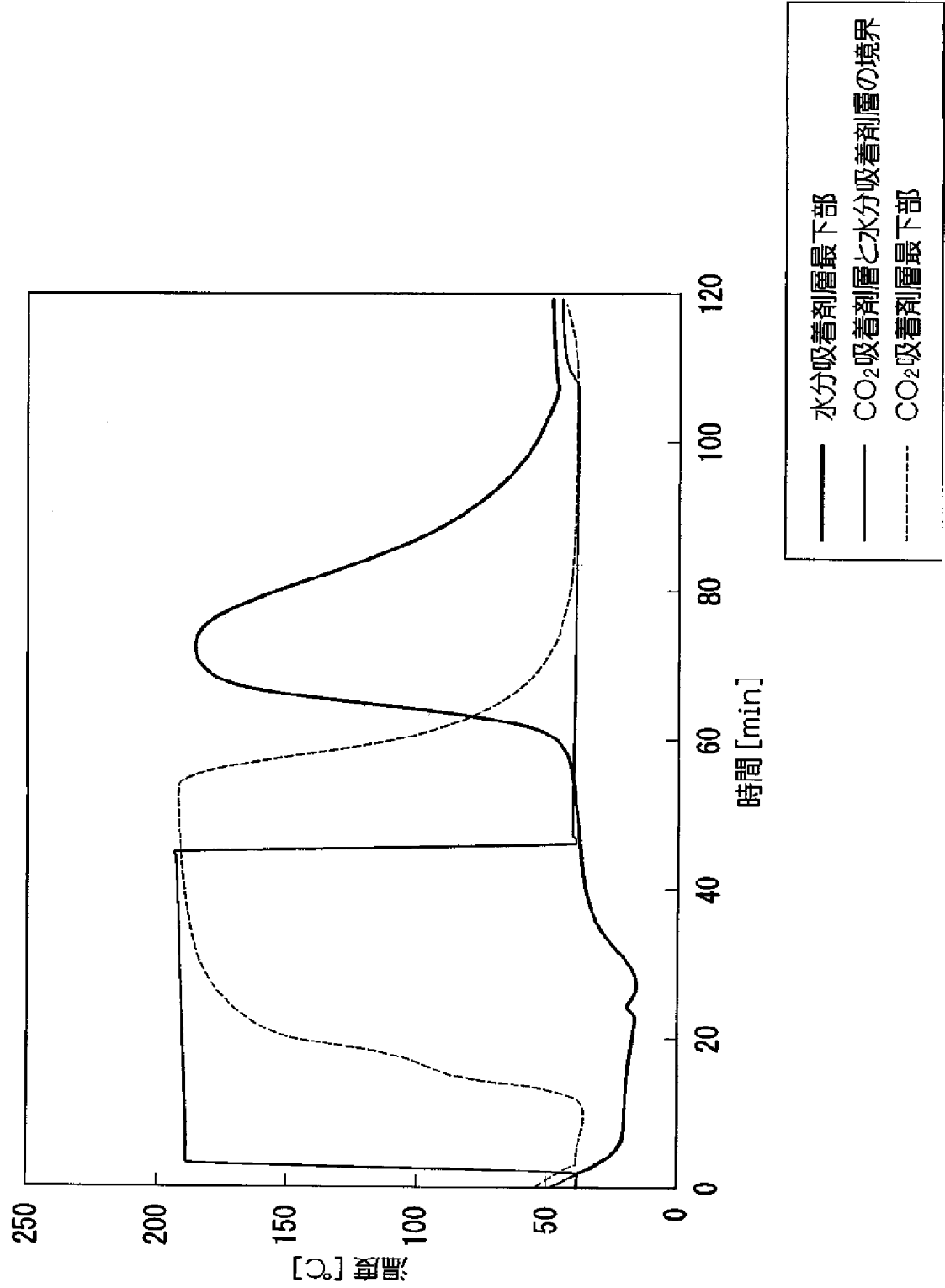
[図1]



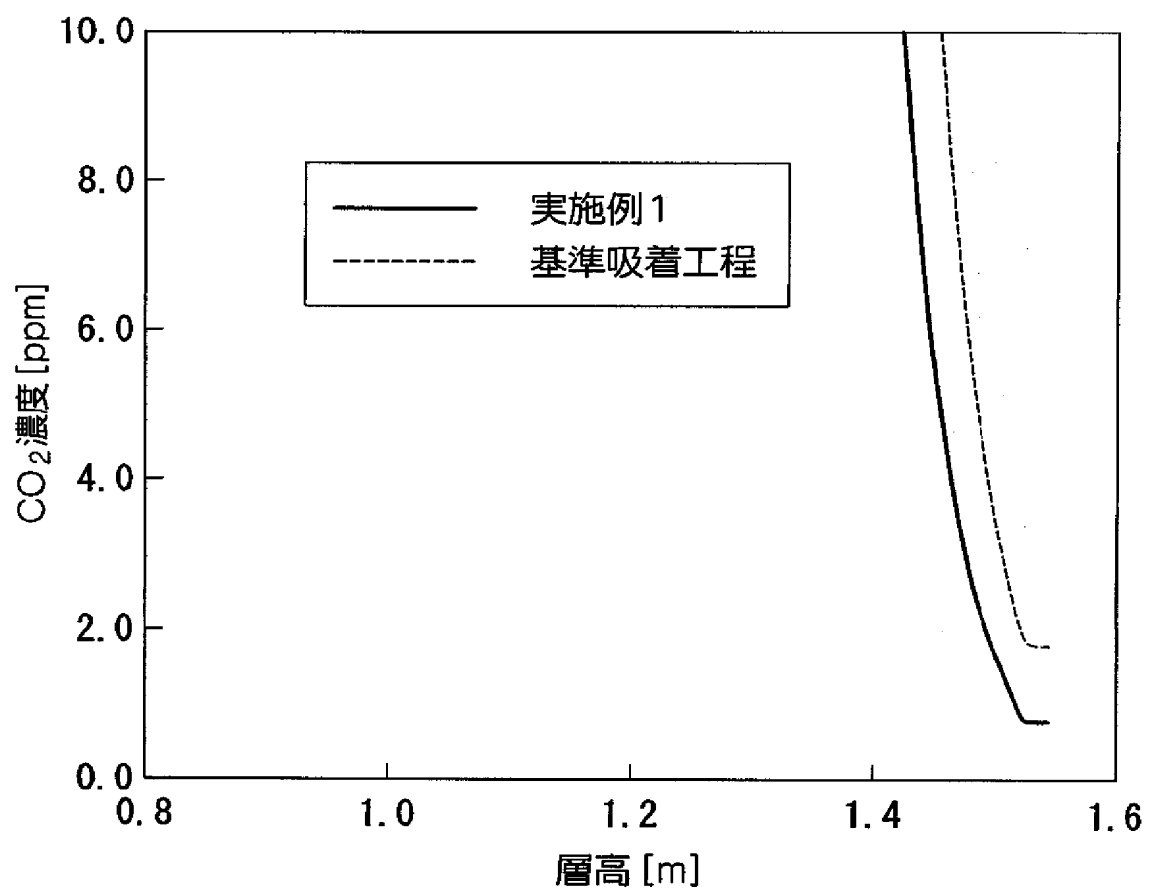
[図2]



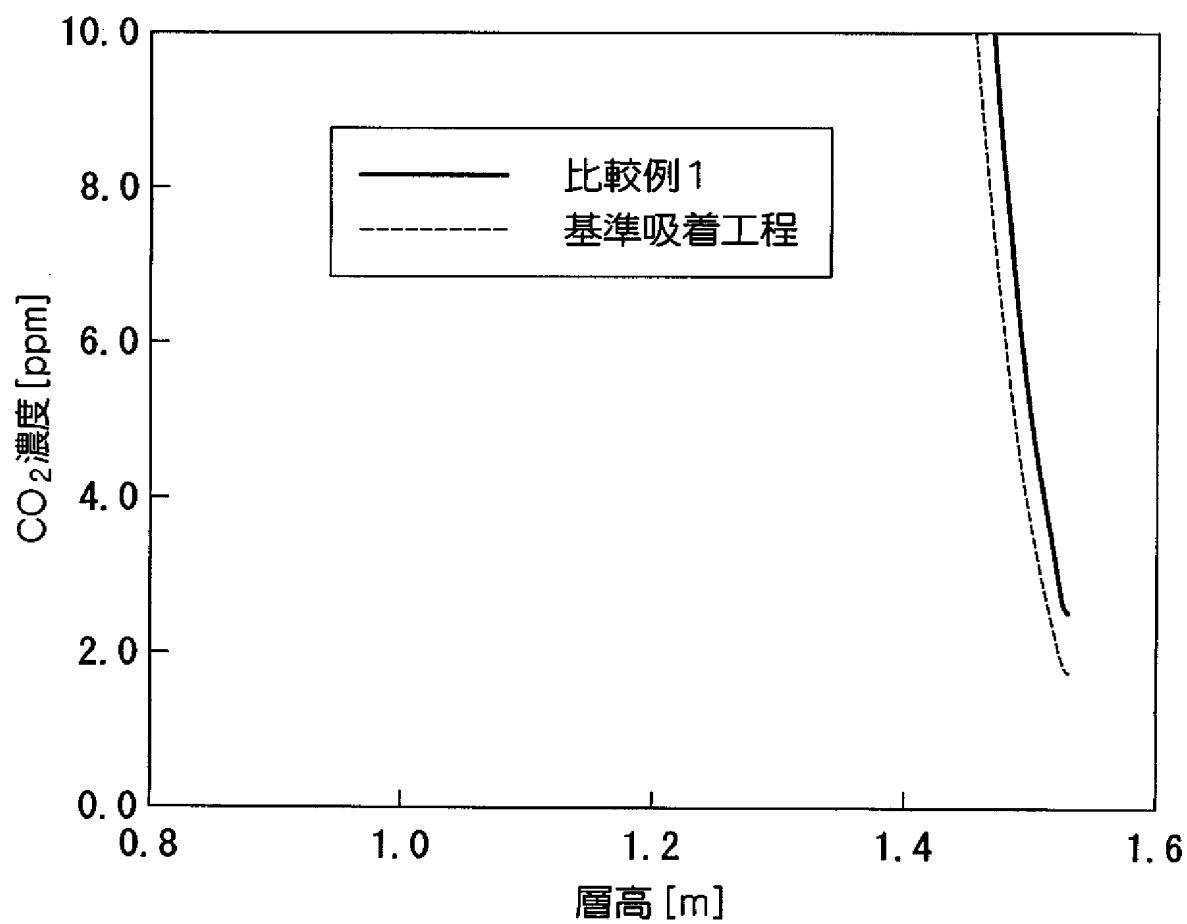
[図3]



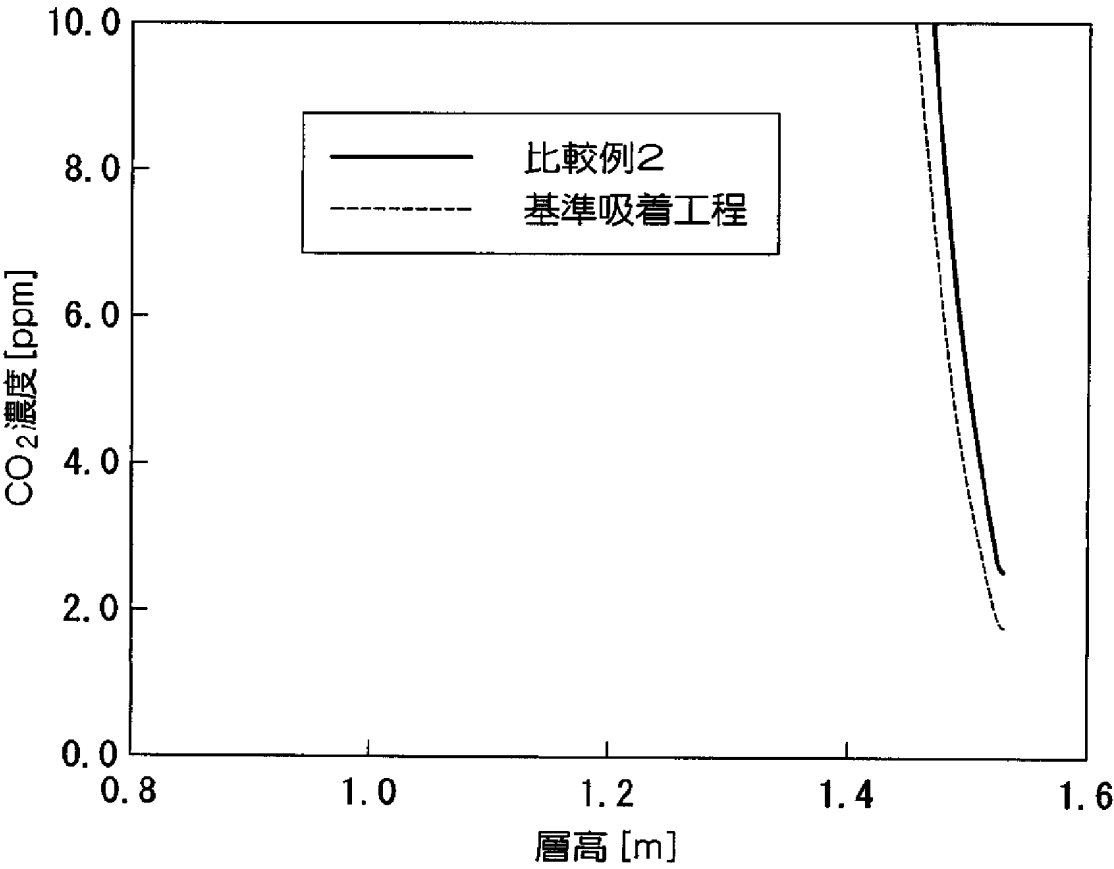
[図4]



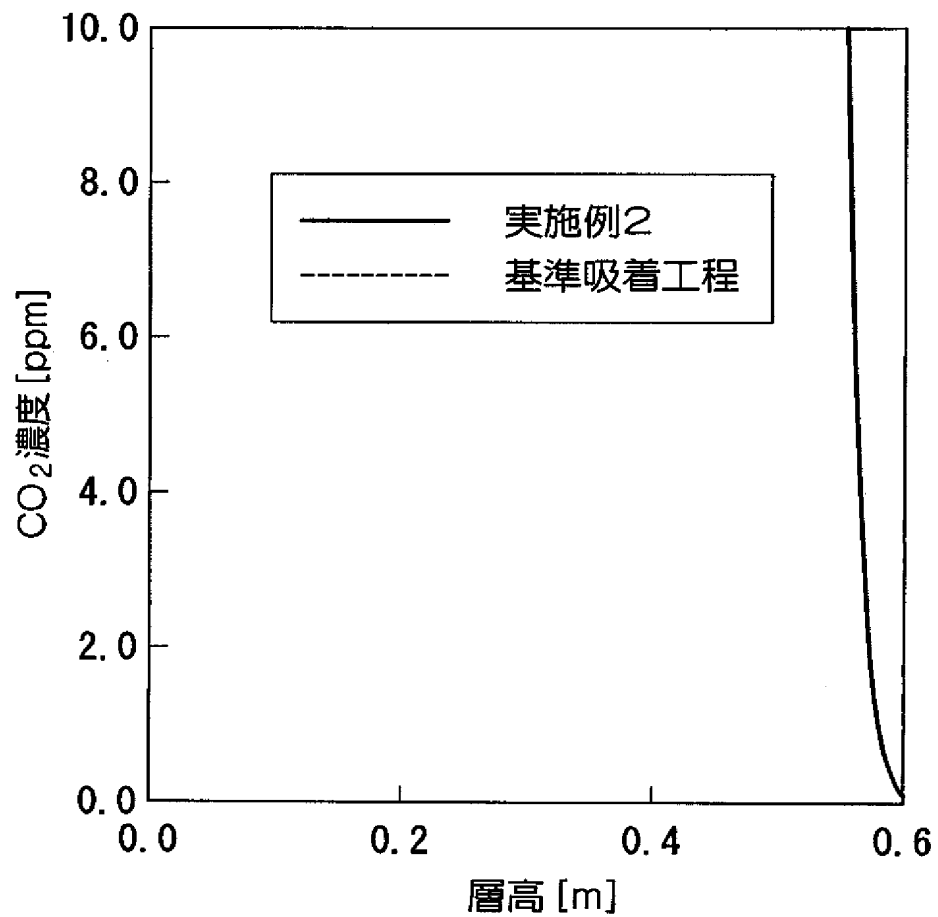
[図5]



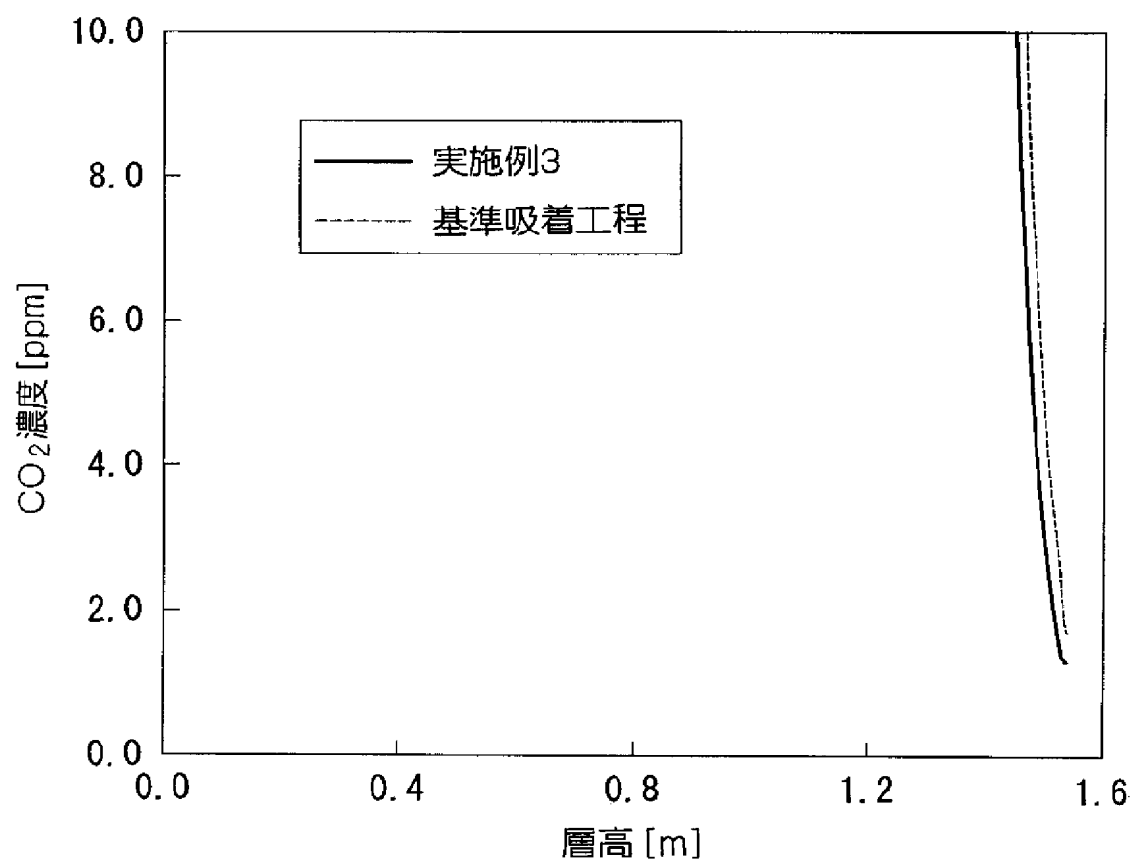
[図6]



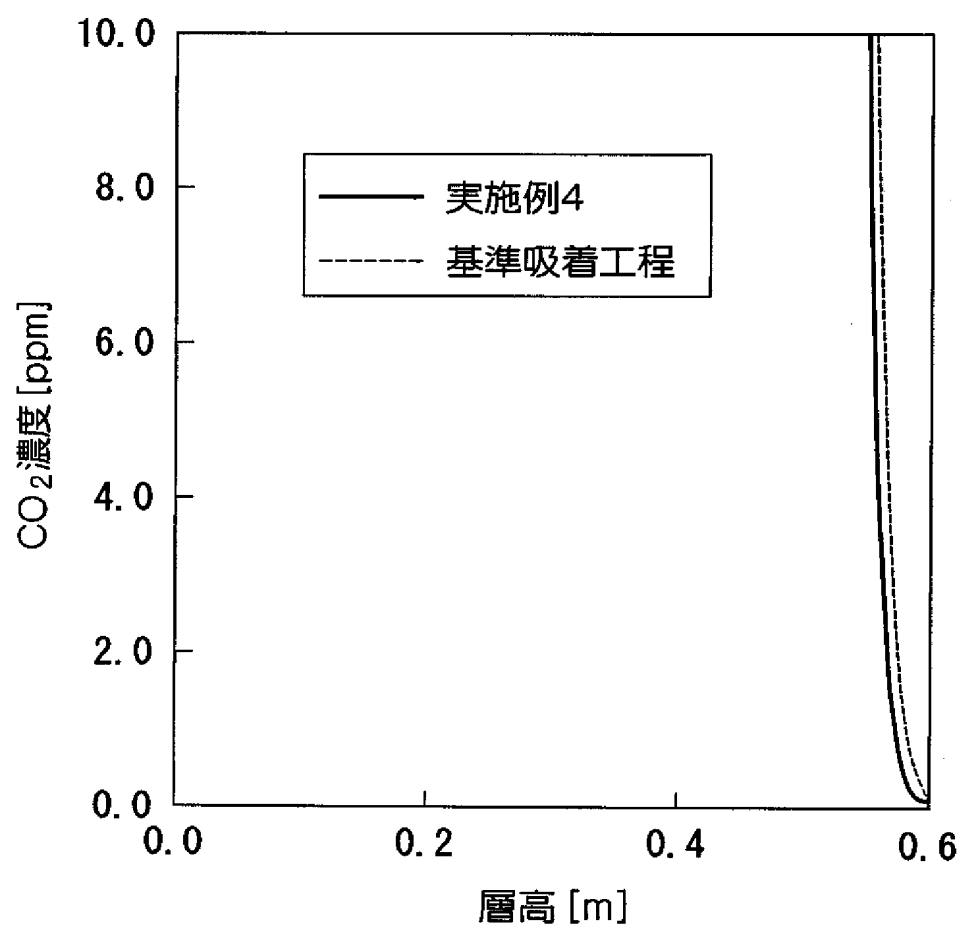
[図7]



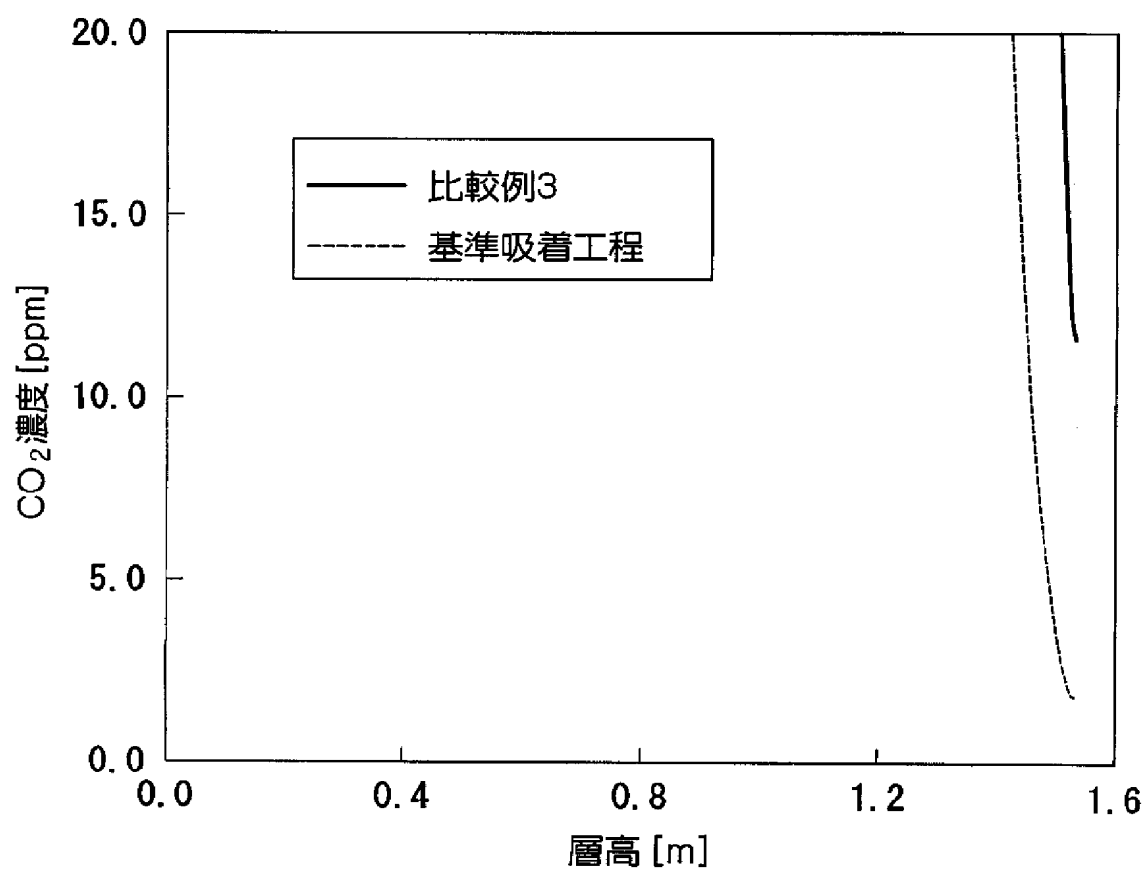
[図8]



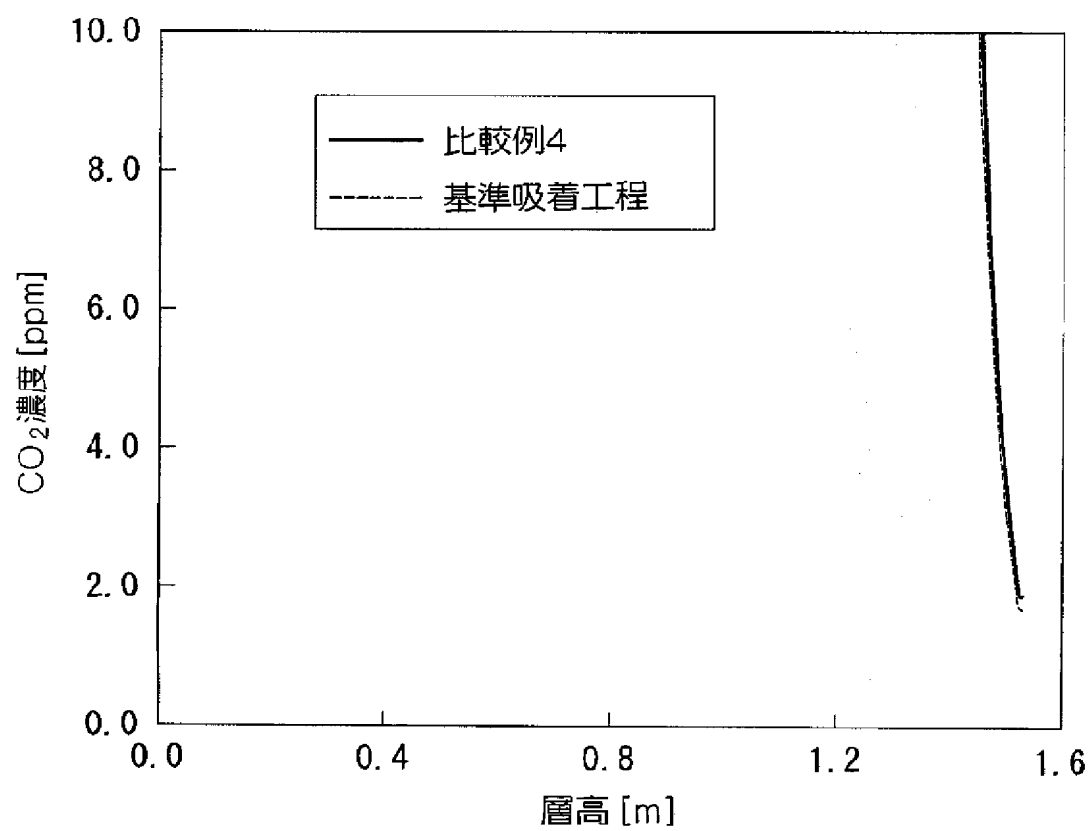
[図9]



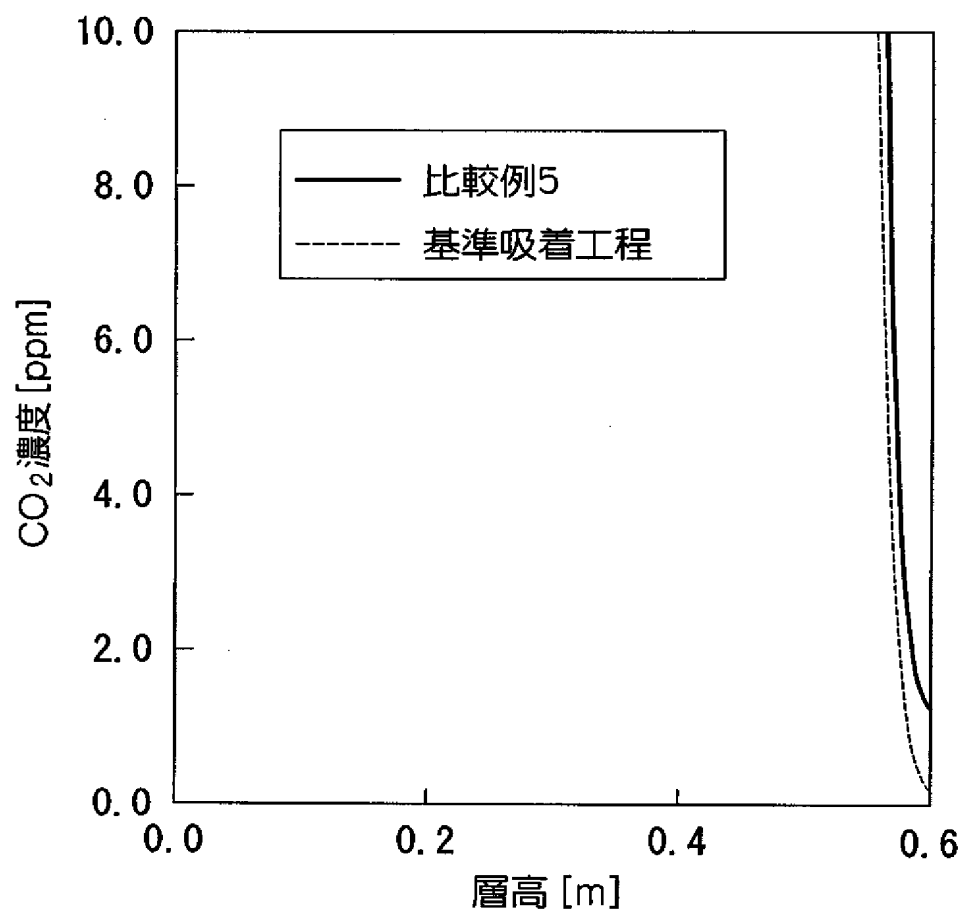
[図10]



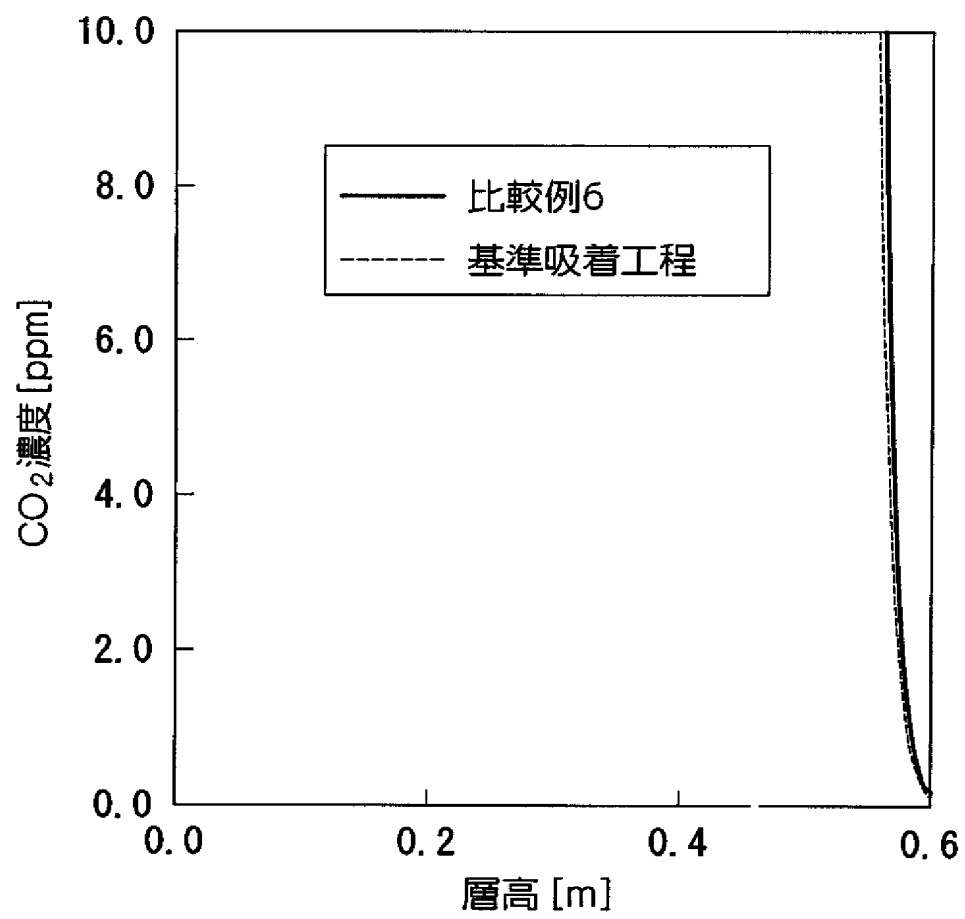
[図11]



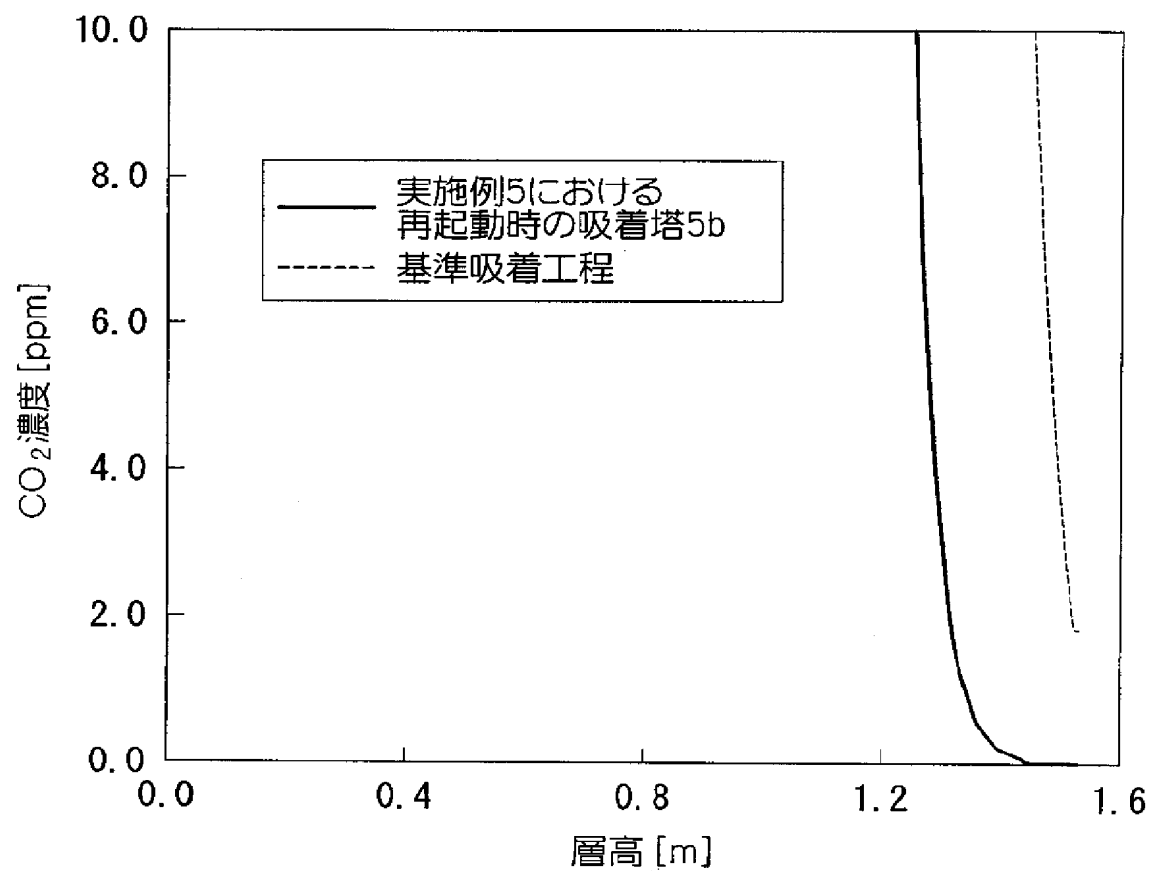
[図12]



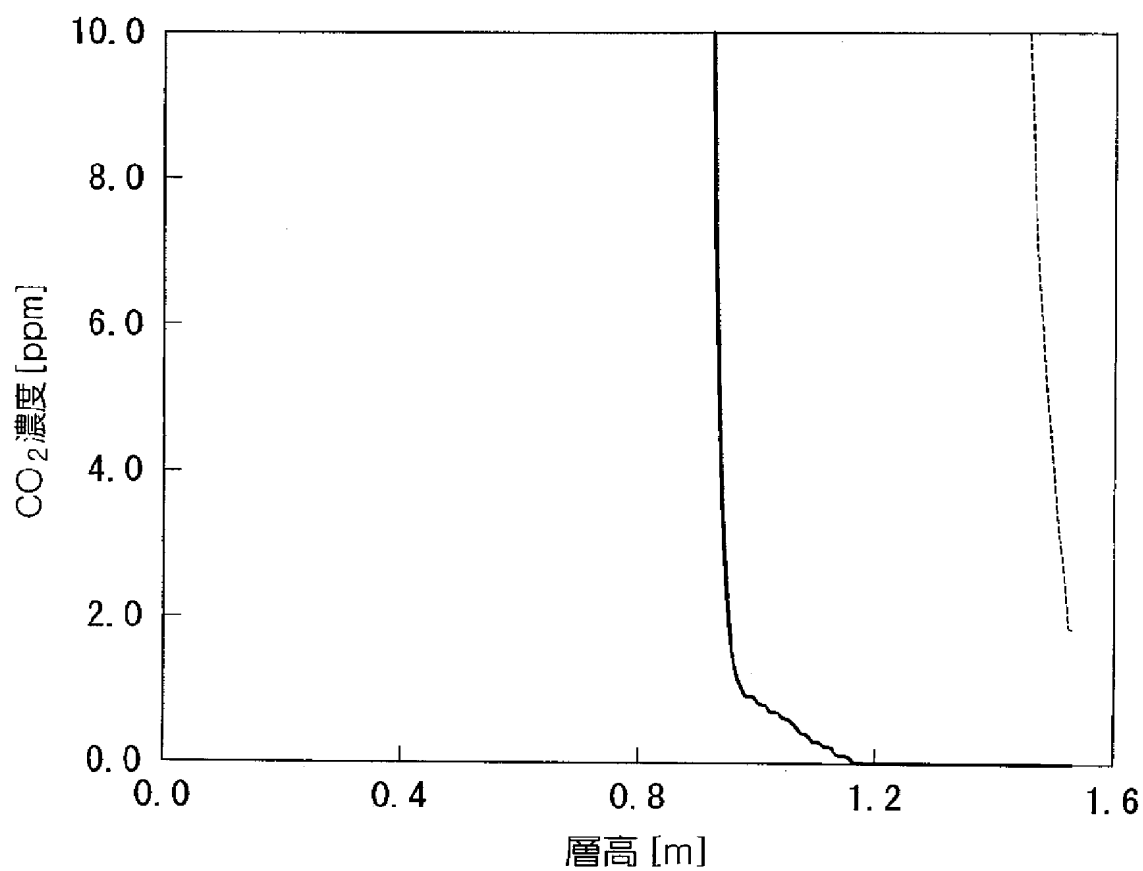
[図13]



[図14]

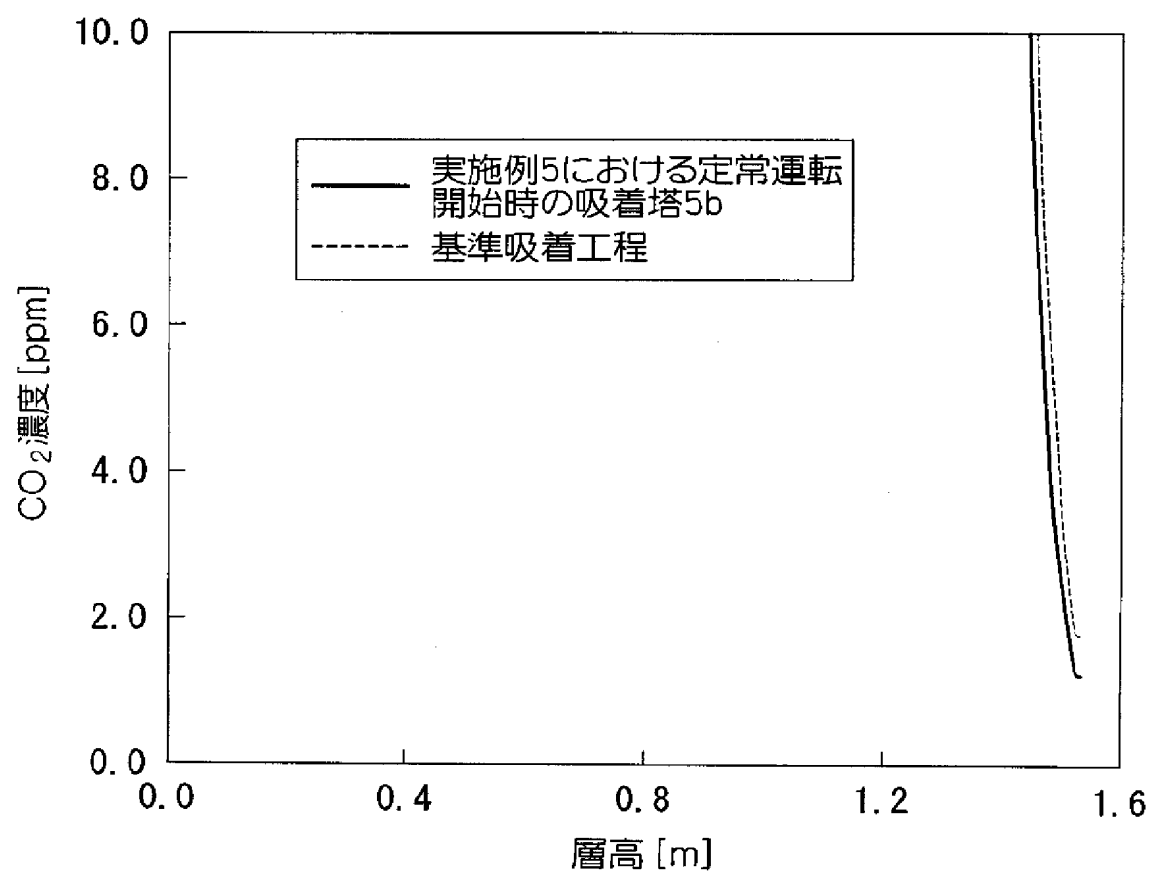


[図15]

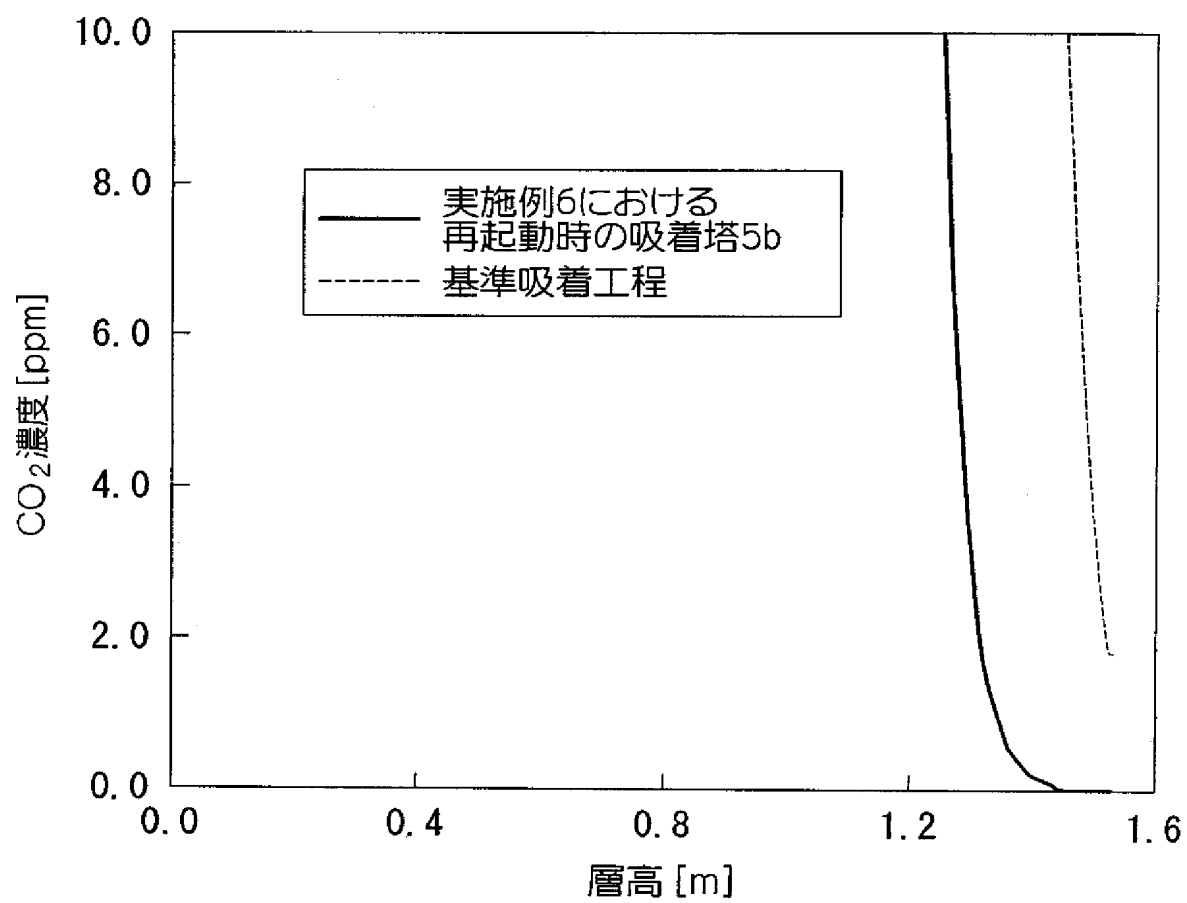


— 実施例5における
再起動時の吸着塔5a
- - - 基準吸着工程

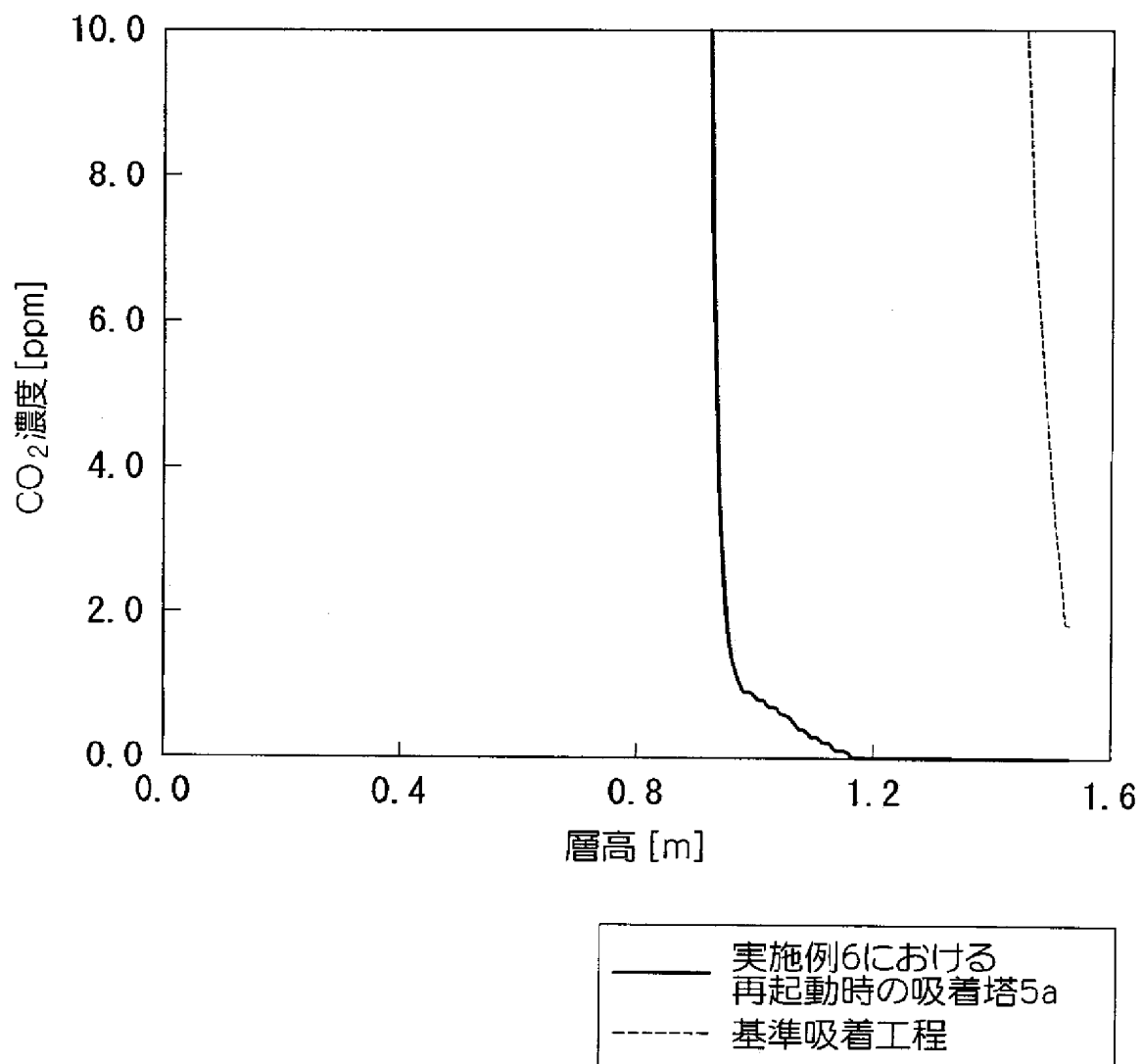
[図16]



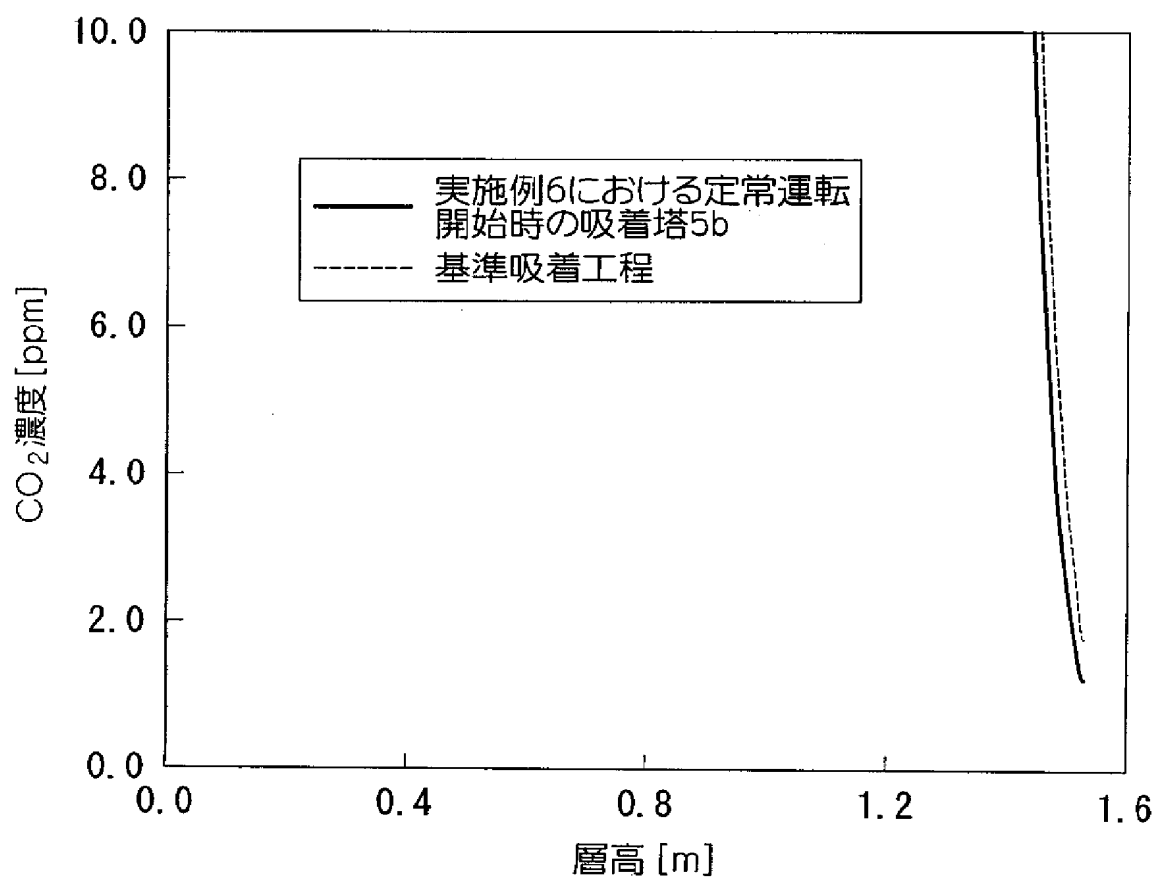
[図17]



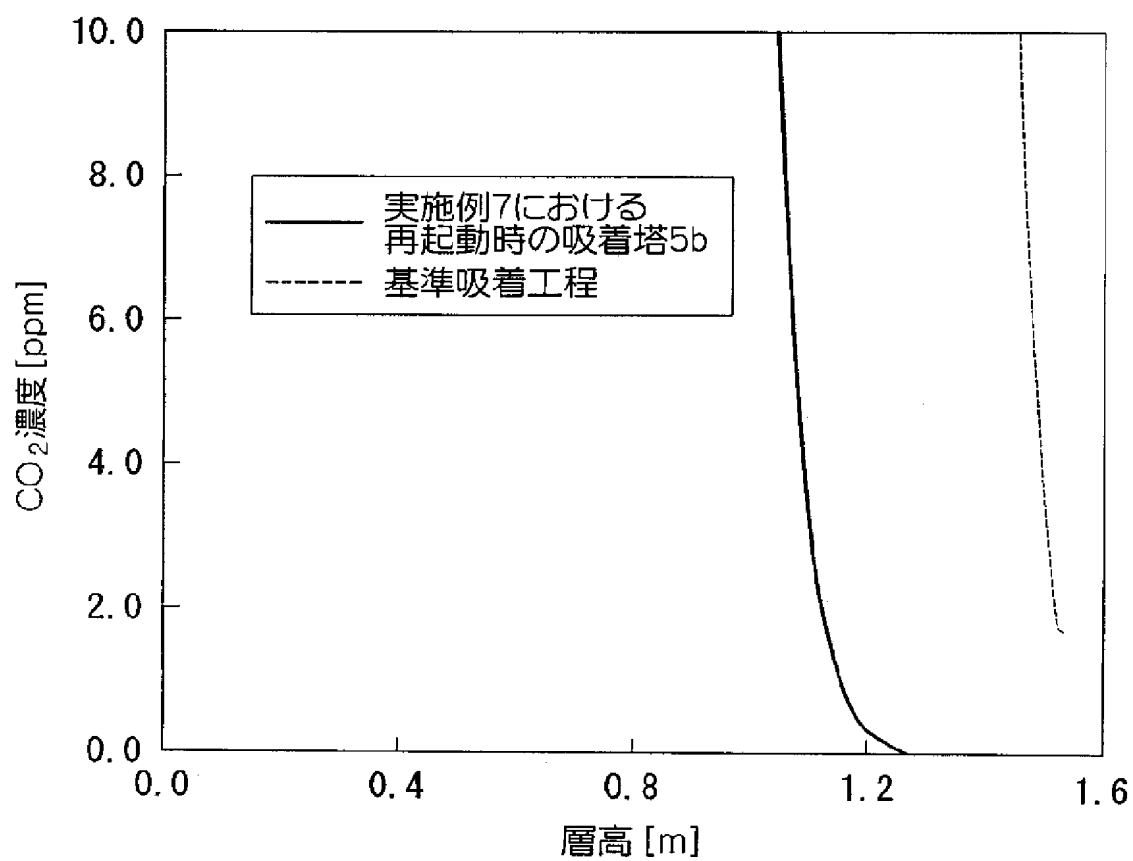
[図18]



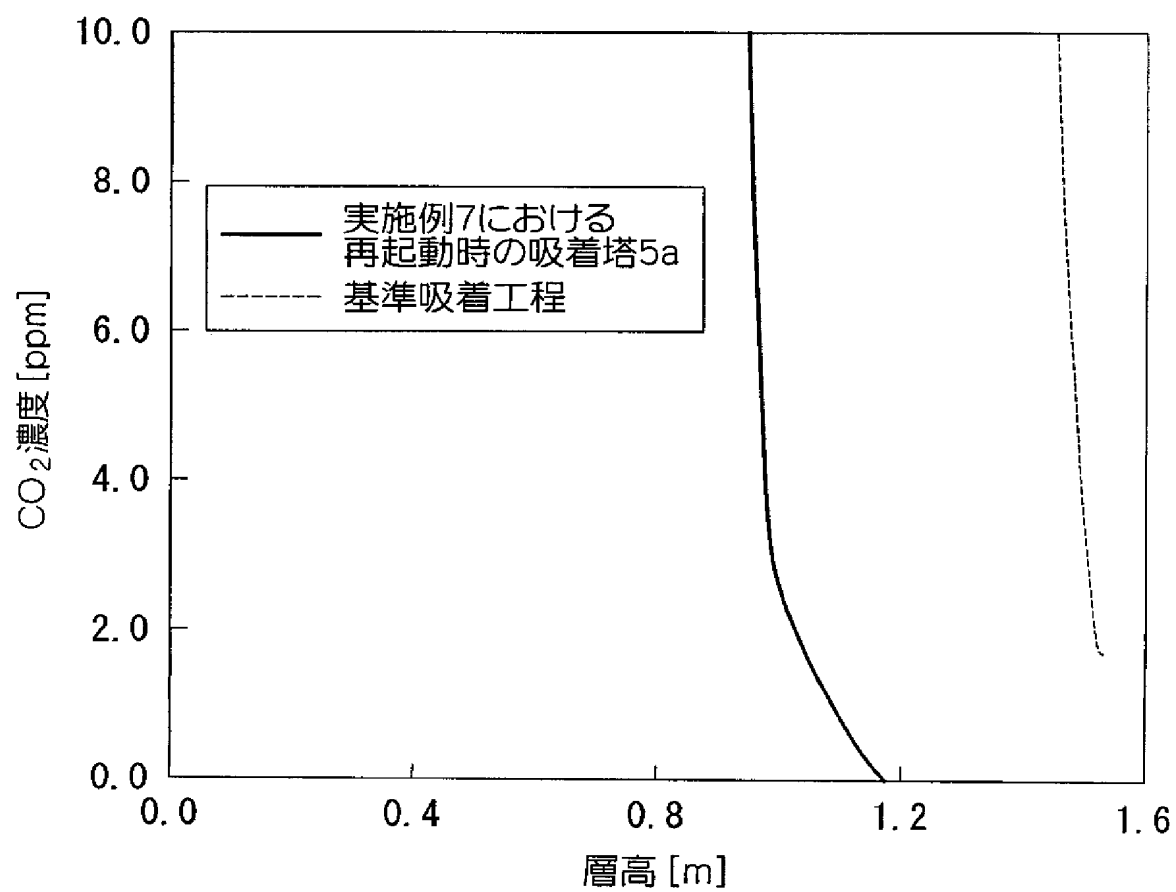
[図19]



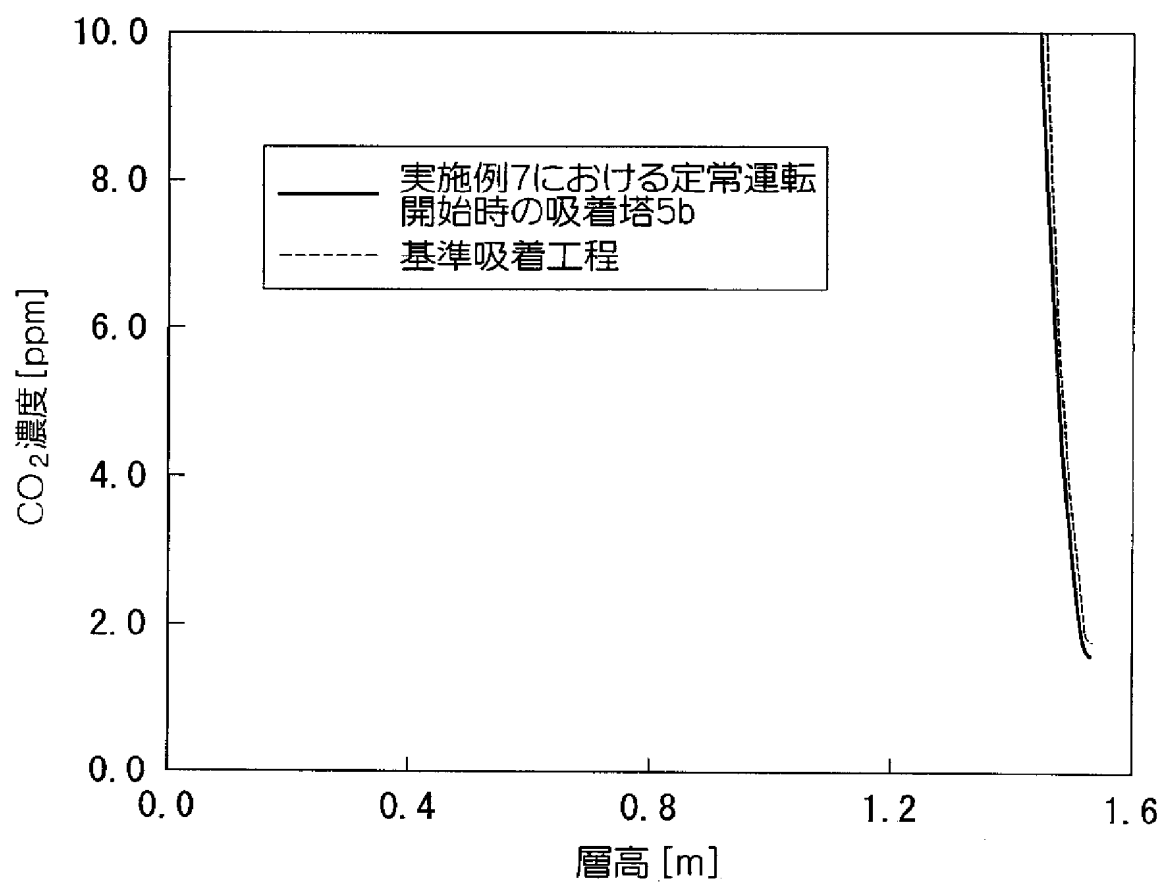
[図20]



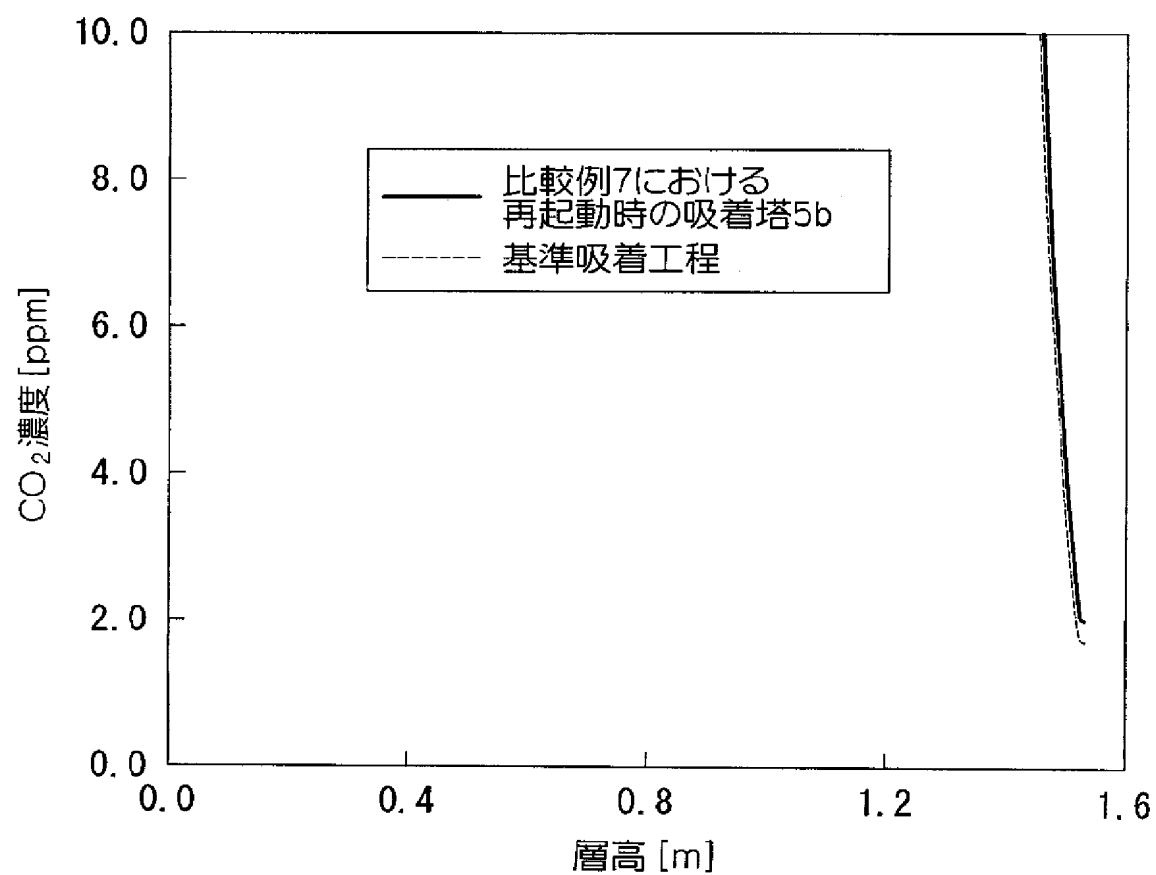
[図21]



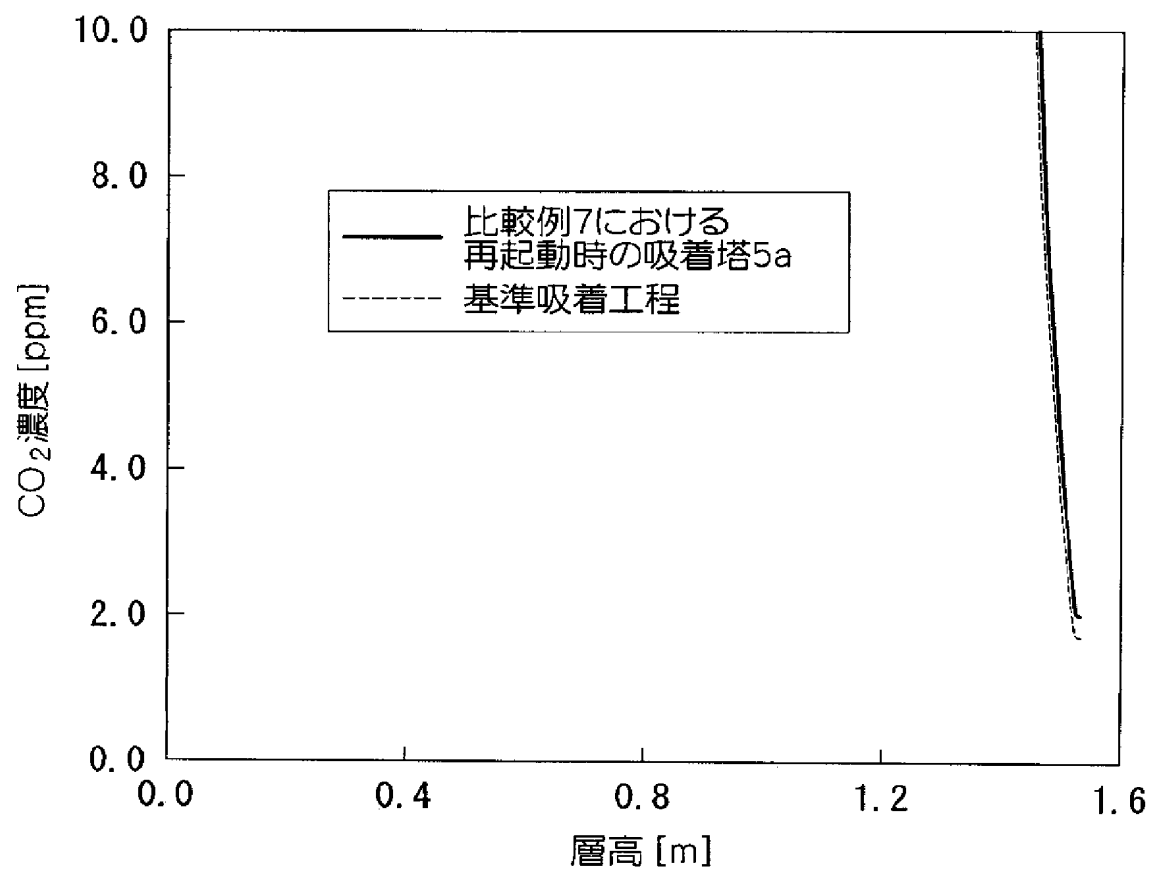
[図22]



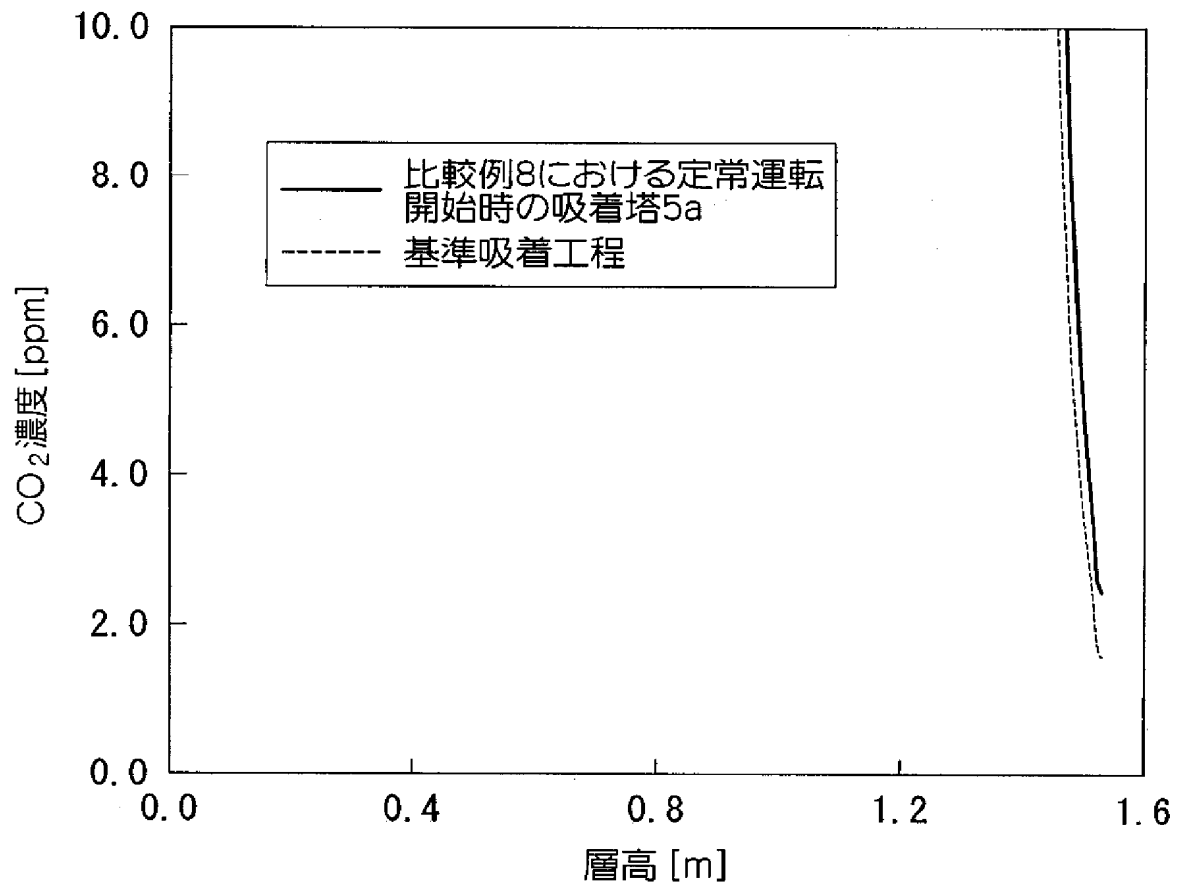
[図23]



[図24]



[図25]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/005922

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ B01D53/04, F25J3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ B01D53/04, F25J3/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 4-257688 A (Hitachi, Ltd.), 11 September, 1992 (11.09.92), (Family: none)	1-9
A	JP 10-225610 A (Kawasaki Steel Corp.), 25 August, 1998 (25.08.98), (Family: none)	1-9
A	JP 2002-168561 A (Kobe Steel, Ltd.), 14 June, 2002 (14.06.02), (Family: none)	1-9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
06 May, 2005 (06.05.05)

Date of mailing of the international search report
24 May, 2005 (24.05.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B01D53/04, F25J3/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B01D53/04, F25J3/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 4-257688 A (株式会社日立製作所) 1992.09.11 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 10-225610 A (川崎製鉄株式会社) 1998.08.25 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 2002-168561 A (株式会社神戸製鋼所) 2002.06.14 (ファミリーなし)	1-9

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06.05.2005

国際調査報告の発送日

24.5.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

森 健一

電話番号 03-3581-1101 内線 3468

4Q

9263